QUANTITATIVE MESSUNG DER DIFFUSEN STREUUNG AM LAMELLAREN SYSTEM PIGEONIT/AUGIT

Michael Peterat

1981

QUANTITATIVE MESSUNG

DER DIFFUSEN STREUUNG

AM LAMELLAREN SYSTEM PIGEONIT/AUGIT

Dissertation
der Fakultät für Geowissenschaften der
Ludwig-Maximilians-Universität München

eingereicht am
24. Oktober 1980

von
Michael Peterat
aus Bad Wildungen

1. Berichterstatter: Prof. Dr. H. Jagodzinski
2. Berichterstatter: Prof. Dr. H. G. Huckenholz
Tag der mündlichen Prüfung: 11. Februar 1981

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

DISSERTATIONS - UND FOTODRUCK FRANK GmbH
8000 München 2, Gabelsbergerstraße 15, Tel. 2809090

Inhaltsverzeichnis

		Seite
1.	Einleitung	1
2.	Theorie	2
2.1	Bedeutung der Fehlordnung in der Kristallographie	2
2.2	Einteilung der Fehlordnungstypen	2
2.3	Allgemeine theoretische Gesichtspunkte	3
2.4	Allgemeiner Lösungsansatz für die Fehlordnung bei der Röntgenbeugung	5
2.5	Eindimensionale Fehlordnung	8
2.5.1	Theoretische Grundlagen	8
2.5.2	Wilson'sche Differenzenmethode	8
2.5.3	Matrixmethode von Hendricks und Teller	9
2.5.4	Allgemeine Fehlordnungstheorie von Jagodzinski	11
2.6	Theoretische Modelle für strukturelle Verwachsungen	12
2.6.1	Strukturelle Eigenschaften chemisch homogener Verwachsungen	12
2.6.1.1	Einfacher Zwilling	13
2.6.1.2	Zwilling mit periodisch auftretenden Grenzflächen	13
2.6.1.3	Zwilling mit weit auseinanderliegenden Grenzflächen	15
2.6.1.4	Zwilling mit statistisch auftretenden Grenzflächen	16
2.6.2	Strukturelle Eigenschaften chemisch inhomogener Verwachsungen	21
2.6.2.1	Inkohärente Verwachsungen	21
2.6.2.2	Kohärente Verwachsungen mit periodisch auftretenden Grenzflächen	22
2.6.2.3	Kohärente Verwachsung mit statistisch auftretenden Grenzflächen	23
2.6.2.3.1	Intensitätsverteilung einer lamellaren Struktur	24
2.6.2.3.2	Diskussion der Intensitätsgleichung	29
2.6.2.4	Kohärente Verwachsung bei Auftreten inkongruenter Grenzflächen	41

Seite

2.7	Theorie für periodische Lamellensysteme	44
3.	Pyroxene	46
3.1	Allgemeines	46
3.2	Prinzip der Pyroxenstruktur	47
3.3	Strukturelle Eigenschaften des Pigeonit	49
3.3.1	Domänenstruktur	49
3.3.2	Lamellare Ausscheidungen	52
4.	Röntgenbeugung an lamellaren Systemen	53
4.1	Wahl eines geeigneten lamellaren Systems	53
4.2	Beschreibung des lunaren Gesteins 14053	53
4.3	Beschreibung der Pigeonit/Augit - Phasen	54
4.4	Gitterkonstantenbestimmung	55
4.5	Strukturverfeinerung des Kristalls K1	57
4.5.1	Experimentelle Daten	57
4.5.2	Verfeinerung	58
4.5.3	Diskussion der ermittelten Struktur	59
4.6	Quantitative Messung der Lamellendicken	63
4.6.1	Experimentelle Untersuchungsmethoden am Kristall K1	63
4.6.1.1	Strahlungsquelle und Monochromator	63
4.6.1.2	Bestimmung der Divergenzen $\varepsilon_{\parallel}$ und $\varepsilon_{\perp}$	64
4.6.1.3	Weißenbergmethode	68
4.6.2	Experimentelle Untersuchungsmethoden am Kristall K2	68
4.6.3	Datenreduktion und -auswertung	70
4.6.4	Diskussion der Ergebnisse	86
4.6.4.1	Lamellendicken	86
4.6.4.2	Strukturfaktoren	87
4.6.5	Überstruktur	89
4.7	Theoretische Betrachtungen eines Vier-Lamellen-Modells	90
5.	Diskussion	94
Zusammenfassung		101

		Seite
Anhang A	Berechnung der Intensitätsgleichung aus der eindimensionalen Fehlordnungstheorie	103
Anhang B	Strukturfaktoren des Pigeonits P2	107
Anhang C	Drei Beispiele zur Ermittlung des Linienprofils von diffusen Reflexen der einzelnen Lamellensysteme	112
Literaturverzeichnis		128

1. Einleitung

Die Verfahren zur Strukturanalyse anorganischer und organischer Kristalle sind heutzutage mathematisch soweit vorangeschritten, daß man mit gewissen Einschränkungen von einer "black box" - Methode sprechen kann, d.h. Strukturlösungen werden bis zu einer bestimmten Größenordnung der Elementarzelle ohne größere kristallographische Aufwendungen vom Computer berechnet.

Um so wichtiger ist es nun den sogenannten Strukturanomalien nachzugehen. Fehlordnungsprobleme jeglicher Art wurden schon seit Beginn der Strukturanalyse erkannt und zum Teil qualitativ behandelt. Von thermodynamischer und statistischer Seite her sind frühzeitig Modelle aufgestellt worden, deren quantitative Anwendungen oftmals aber am großen rechnerischen Aufwand scheiterten. Erst seitdem der Elektronenrechner Einzug in fast jedem kristallographisch-physikalischem Labor gehalten hat, war es in vielen Fällen möglich von der qualitativen in die quantitative Betrachtungsweise überzugehen.

In dieser Arbeit soll versucht werden strukturelle Aussagen über ein kompliziertes lamellares System zu erhalten. Dies führt zu der Problematik der Messung diffuser Röntgenbeugungsbilder. Eine "normale" Strukturanalyse mit z.B. einem automatischen Einkristalldiffraktometer kann hier nur die Lösung der gemittelten Struktur anbieten, während kohärente Streuanteile entweder nicht berücksichtigt oder falsch interpretiert werden.

Als Anwendungsbeispiel wird ein Pyroxen genommen, der in die wichtige Gruppe der Silikate fällt. Pyroxene gehören zu den häufigst natürlich auftretenden Mineralien, sodaß ein großes Interesse an ihrer geologischen Entstehungsgeschichte besteht. Eine Deutung der Struktur der Pigeonit/Augit - Lamellen gibt somit auch eine Deutung der Entstehungsbedingungen.

Neben der Frage nach der Größe und Struktur der verschiedenen Lamellen gilt es auch zu erörtern, inwieweit die eindimensionale Fehlordnungstheorie, die hier zur Anwendung gebracht wird, bei solch komplexen Systemen gültig ist.

2. Theorie

2.1 Bedeutung der Fehlordnung in der Kristallographie

Ein im mathematischen Sinn streng geordneter Kristall existiert in Wirklichkeit nicht. Schon bald nach der Entdeckung von Beugungseffekten der Röntgenwellen an Kristallgittern durch Laue /1/ entstanden aus theoretischen Arbeiten von Ewald /2/ und Darwin /3/ erste Vorstellungen über den Mosaikkristall.

Der Begriff der Mosaikstruktur in Einkristallen ist einer der wichtigsten Eigenschaften, da die von Laue und Bragg /4/ entwickelte geometrische Theorie der Röntgenbeugung nur näherungsweise gültig ist. Durch den fehlgeordneten Charakter der Kristalle reicht die geometrische Theorie trotzdem für die Strukturanalyse aus, unter der Voraussetzung, daß die Zahl der Fehlstellen klein ist gegen die Zahl der geordneten Gitterplatzbesetzungen.

Bei der Untersuchung von nahezu idealen Kristallen gelang es Laue und Borrmann /5/ eine vollständige Erklärung über die Entstehung der Röntgeninterferenzen mit Hilfe der Theorie der Röntgenwellenfelder in Kristallen zu geben. Die wenigen Baufehler (Versetzungen) eines fast idealen Kristalles lassen sich als Schatten, hervorgerufen durch die Wellenfelder, erkennen.

Kristallstrukturen können also zwischen einem idealkristallisiertem und völlig amorphem Zustand eingegliedert werden. Häufig sind somit auf Röntgenbeugungsaufnahmen neben scharfe auch diffuse Reflexe zu beobachten. Es liegt deshalb nahe Röntgenbeugungsbilder zur Charakterisierung des Ordnungszustandes heranzuziehen.

2.2 Einteilung der Fehlordnungstypen

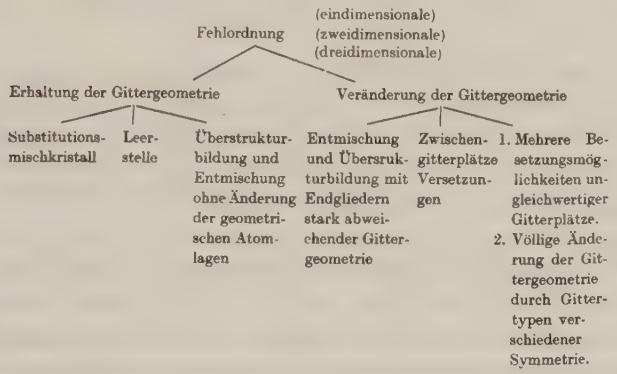
Nachdem erkannt war, daß es sich bei allen Kristallen um "Real" - Kristalle handelte, wurde Art und Ursache der Baufehler untersucht. Die Einführung von Mosaikstrukturen, randliche Störungen von Kristallen und Störstellen im Gitter führten zur Klärung vieler physikalischer Eigenschaften.

In einer grundlegenden Arbeit von Wagner und Schottky /6/ über die Theorie der geordneten Mischphasen werden die Fehlstellen in

Fehlbesetzungen, Leerstellen und Zwischengitterstellen gegliedert. Diese Einteilung wird auch von Zachariasen /7/ gewählt, der die Baufehler in Versetzungs- und Substitutionsfehler unterteilt.

Ein genaueres Einteilungsprinzip der verschiedenen Fehlordnungstypen wird von Jagodzinski /8/ angegeben (Tab.1).

Tab. 1: Einteilungsschema für Fehlordnungstypen



Kristalle können ein-, zwei- oder dreidimensional fehlgeordnet sein. Eindimensional fehlgeordnet bedeutet z.B., daß in zwei Translationsrichtungen strenge Ordnung herrscht, während die dritte aber Fehlordnung aufweist.

2.3 Allgemeine theoretische Gesichtspunkte

Eine Fehlstelle im Kristallgitter entspricht einem energetisch ungünstigem Zustand. Ursache der Fehlstelle können Temperaturschwingungen der Atome bzw. Moleküle sein oder in der Gittergeometrie liegen. Ersteres verursacht die thermisch diffuse Streuung, letzteres Randstörungen an Korngrenzen.

Das Lösen von Fehlordnungsproblemen führt immer zur Aufstellung einer möglichst einfachen Beziehung für den wahrscheinlichsten Zustand des Kristalls als Funktion der Temperatur.

Fehlstellen können in erster Näherung unabhängig voneinander betrachtet werden, wenn sie gering sind zur Anzahl der möglichen Fehlbesetzungen.

Ausgehend von der klassischen Thermodynamik entwickelten Bragg und Williams /9/ eine erste Fehlordnungstheorie, die den Fehlordnungsgrad bei einer bestimmten Temperatur über das Minimum der freien Energie herleiten.

$$\frac{\delta F}{\delta S} = 0 \ ,$$

wobei $F(S,T) = E(S) - T \cdot \emptyset(S)$ und

$$\emptyset(S) = k \cdot \ln W(S) \ .$$

(S = Fernordnungsparameter, T = Temperatur, E(S) = Kristallenergie, W(S) = Wahrscheinlichkeit des Ordnungszustandes, k = Boltzmannkonstante)

In dieser Theorie werden Schwankungen innerhalb des Kristalls nicht berücksichtigt.

Bei Abhängigkeit der Fehlstellen voneinander spricht man von kooperativer Fehlordnung /8/.

Die statistische Thermodynamik berücksichtigt die Wechselwirkungen der Fehlbesetzungen, d.h. ein Nahordnungsparameter muß in die Theorie eingehen. Der Ordnungszustand wird wiederum über das Minimum der freien Energie bestimmt, wobei das Problem in der Aufstellung der Zustandssumme Z liegt, wegen

$$-F/k \cdot T = \ln Z \ .$$

Für das dreidimensionale Fehlordnungsproblem scheint die quasichemische Methode /10/ die erfolgreichste zu sein. Das Prinzip beruht auf eine Gleichgewichtsbetrachtung der einzelnen Bindungspaare in Analogie zum Massenwirkungsgesetz der Chemie.

Mit Hilfe der gruppentheoretischen Methode gelang es Onsager /11/ eine exakte Berechnung der Zustandssumme für das zweidimensionale Problem durchzuführen.

In neuerer Zeit wurde die Renormierungsgruppentheorie /82/ entwickelt. Hierbei können Phänomene erfaßt werden, bei denen in der Nähe eines kritischen Punktes Fluktuationen unterschiedlicher Reichweite auftreten. Zur Darstellung von Baumotiven und Baufehler wird ein eindimensionaler Ordnungsparameter mit den Werten +1 und -1 eingeführt.

Definiert man für eine Motivwiederholung eine Wahrscheinlichkeit p(n), so lassen sich Blocktransformationen durchführen, wobei mit der Generation n die Korrelationslängen entsprechend dem Übergang von der Nah- zur Fernordnung anwachsen /83/.

Für ein eindimensionales Lagenfehlordnungsmodell wurden Renormierungsgruppenberechnungen unter Berücksichtigung der Einflüsse zweitnächster Nachbarn durchgeführt /84/.

2.4 Allgemeiner Lösungsansatz für die Fehlordnung bei der Röntgenbeugung

Eine räumliche Verteilung der Schwankungen im Kristall läßt sich nur durch eine genaue Analyse des diffusen Untergrundes erzielen.

Da die Intensität eines Röntgenbeugungsbildes die Fourier-Transformierte einer Pattersonfunktion P(u) ist, müssen die Schwankungserscheinungen sich auch in der Pattersonfunktion zeigen. P(u) ist im Mittel proportional zu $\sqrt{N}$ (N = Zahl der Atome), d.h. aber, daß Intensitätsänderungen von $\sqrt{N}/N$ noch erfaßt werden müssen. Dies ist in der Regel für Röntgenmethoden nicht möglich. In diesem Fall ist es also erlaubt, mit genügender Genauigkeit die Mittelwerte der Strukturfaktoren zu benutzen.

In einem statistischen Problem wird P(u) folgendermaßen dargestellt:

$$P(u) = N \sum_{i,k} w_i \cdot W_{ik}^{(u)} \cdot \widehat{F_i \cdot F_k} \qquad (2.1)$$

w_i = a-priori Wahrscheinlichkeit ein Atom der Art i zu finden,

$W_{ik}^{(u)}$ = a-posteriori Wahrscheinlichkeit im Abstand u ein Atom der Art k zu finden, wenn das Ausgangsatom ein i-Atom ist,

$\widehat{F_i \cdot F_k}$ = Faltungsprodukt der Elektronenverteilungsfunktionen.

Damit wird

$$I(h) = N \sum_{i,k} w_i \cdot f_i \cdot f_k^* \cdot \int W_{ik}^{(u)} \, e^{-2\pi i h u} \, du \quad . \qquad (2.2)$$

Im allgemeinsten Fall einer Fehlordnung mit zufälligen Verteilungen erscheinen nach Jagodzinski /12/ die scharfen Interferenzen $I_s(hkl)$

als Produkt der Laue'schen Interferenzfunktion g(hkl) mit dem Betragsquadrat eines statistischen Strukturfaktors S.

$$I_s = \left(\sum_{\nu,\mu} \sum_{i,k} w_{i|\nu} \cdot w_{k|\mu} \cdot f_i f_k^* \cdot e^{-2\pi i \left[h(x_\nu - x_\mu) + k(y_\nu - y_\mu) + l(z_\nu - z_\mu) \right]} \right) \cdot g(hkl) \qquad (2.3)$$

Für die diffusen Reflexe gilt

$$I_d = N \left(\sum_{\nu} \sum_{i} w_{i|\nu} |f_i|^2 - \sum_{\nu} \sum_{i,k} w_{i|\nu} \cdot w_{k|\nu} \cdot f_i \cdot f_k^* \right) \qquad (2.4)$$

$w_{i|\nu}$ = a-priori Wahrscheinlichkeit, daß der ν-Gitterplatz mit einem Atom mit dem Streuvermögen F_i besetzt ist.

Die Durchführung der Fourier-Synthese liefert also eine gemittelte Struktur. Der Ausdruck in Gleichung 2.4 wird dann verschwinden, wenn jeder Gitterplatz mit nur einer Atomart F_ν besetzt ist.

Gleichung (2.4) gibt keine Auskunft über die Struktur des diffusen Untergrundes. Alle auftretenden Baufehler liefern nur einen integralen Beitrag zum diffusen Untergrund, d.h. der diffuse Untergrund ist nur geeignet die Zahl der Fehlstellen abzuschätzen, nicht aber die Art der Fehler.

Die Lösung des Fehlordnungproblems auf fest vorgegebenen Gitterplätzen ergibt bei fehlender Fernordnung diffuse Höfe an den Stellen der scharfen Hauptreflexe, die im Falle einer Überstrukturbildung von verminderter Intensität sind. Der Untergrund zeigt diffuse Reflexe von ebenfalls wechselnder Diffusität und Intensität.

Bei einfachen Entmischungsproblemen treten diffuse Höfe nur um Hauptreflexe auf, wenn der Entmischungsvorgang sich auf die Plätze der statistisch geordneten Struktur beschränkt.

Eine Anwendung des dreidimensionalen Fehlordnungsmodells mit kooperierenden Fehlstellen wird bei einem MgAl-Spinell mit Al_2O_3-Überschuß gezeigt /13/.

Quantitative Aussagen über die Konzentration von Verunreinigungen in Metallen und Bestrahlungsdefekten, sowie Defekt-Cluster in ionischen Kristallen können aus der diffusen Röntgenstreuung von Verschiebungs-

feldern gemacht werden. Gelingt es die Untergrundstreuung, bestehend aus der thermisch diffusen Streuung, sowie der Compton-Streuung, zu eliminieren, so läßt sich aus der Huang-Intensität die Konzentration c der Punktdefekte nach Gleichung (2.5) ermitteln /85/.

$$I_{HDS} = c \cdot \frac{|\overline{F}|^2}{V_c^2} \cdot \frac{p^2}{C_{11}^2} \cdot \frac{K^2}{g^2} \cdot \cos^2(K,g) \qquad (2.5)$$

$|\overline{F}|$ = gemittelte Strukturamplitude,

V_c = Volumen der Einheitszelle,

p_{ij} = elastischer Dipoltensor,

C_{ij} = elastische Konstante,

$\vec{K}$ = Streuvektor,

$\vec{g}$ = Abweichung vom reziproken Gitterpunkt.

Zweidimensionale Unordnung kommt bei weitem nicht so häufig vor wie eindimensionale Probleme. Wieder hat man zwei Fälle zu unterscheiden, einmal ist die geometrische Fernordnung gestört, im anderen Fall bleibt die geometrische Fernordnung der Struktur erhalten. Im ersten Fall werden im reziproken Gitter senkrecht zur geordneten Translationsrichtung nur diffuse Reflexe in allen Schichtebenen zu beobachten sein. Im zweiten Fall treten statistisch verschiedene Kettenarten auf diskreten Gitterplätzen auf.

Zweidimensionale Fehlordnung wird z.B. bei dem Mineral Artinit /14/, sowie bei Harnstoffeinschlußverbindungen /15/ beobachtet.

2.5 Eindimensionale Fehlordnung

2.5.1 Theoretische Grundlage

Bei der eindimensionalen Fehlordnung liegen in zwei Translationsrichtungen Ordnung, in der dritten Unordnung vor. Betrachtet man qualitativ die Auswirkungen dieser Fehlordnung auf das reziproke Gitter, so erkennt man, daß durch die dritte nicht streng definierte Translationsrichtung Gitterstäbe anstelle des reziproken Gitters auftreten. Im Beugungsbild erhält man kontinuierliche Kurven.

Die Kombination der drei Lagemöglichkeiten für die dichtesten Kugelpackungen ist eines der häufigsten Beispiele von eindimensional fehlgeordneten Kristallen. Am Beispiel des von Edwards und Lipson /16/ untersuchten wärmebehandelten Kobalts leitete Wilson /17/ eine erste Theorie über die hexagonal/kubische Lagenstatistik ab. Der Lösungsweg wird im Abschnitt 2.5.2 kurz skizziert.

Baufehler basierend auf Lagestatistik wurden in verschiedenen Glimmerstrukturen /18/, Wurtzit/Zinkblende, Karborund, Graphit und Maucherit /19/ gefunden.

Daneben können sich verschiedene Arten geordneter Netzebenen in statistischer Weise abwechseln. Beispiel von Artenfehlordnung findet man z.B. bei Entmischung von übersättigten Al-Cu Mischkristallen, sowie im Lamellensystem Pigeonit/Augit.

Selbstverständlich können auch beide Möglichkeiten nebeneinander auftreten (kombinierte eindimensionale Fehlordnung).

2.5.2 Wilson'sche Differenzenmethode

In Debye -Scherrer Aufnahmen von Kobalt erkannte man scharfe und diffuse Linien, die sich durch die statistische Anordnung kubisch und hexagonal dichtester Kugelpackungen erklären lassen.

Die Amplitude eines reflektierten Strahls sei

$$G = \sum_j F_j \cdot e^{-2\pi i \vec{r}_j \vec{s}/\lambda} \quad , \qquad (2.6)$$

wobei $r_j = j_1\vec{a}_1 + j_2\vec{a}_2 + j_3\vec{a}_3$ die Position und F_j der Strukturfaktor der j.-Einheitszelle mit den Gitterkonstanten a_1, a_2, a_3 ist.

Dann beträgt die Intensität

$$I = G \cdot G^* = \sum_j \sum_{j'} F_j F^*_{j'} \cdot e^{-2\pi i(\vec{r}_j - \vec{r}_{j'}) \cdot \vec{s}/\lambda} \tag{2.7}$$

Da die Problemstellung darauf hinausläuft, daß die Besetzung irgendeiner Zelle gegeben ist, und nach der Wahrscheinlichkeit der Besetzung einer um m Schritte entfernten Zelle gefragt wird, macht eine Umformung j' = j+m den weiteren Rechnungsverlauf sichtbarer.

$$I = \sum_m \left(\sum_j F_j \cdot F^*_{j+m} \right) \cdot e^{-2\pi i \, \vec{r}_m \cdot \vec{s}/\lambda} \tag{2.8}$$

Bei einer nicht gestörten Struktur ist $F = F_{j+m}$ und

$$I = \sum_m (N - |m|) \, F \cdot F^* \, e^{-2\pi i \cdot \vec{r}_m \cdot \vec{s}/\lambda} \tag{2.9}$$

$N = (N_1, N_2, N_3)$ ist Anzahl der Zellen in Richtung der Achsen.
Bei einer fehlgeordneten Struktur, wie die des Kobalts, liegt das Problem darin, einen Mittelwert für $\overline{F_j \cdot F^*_{j+m}}$ (abgekürzt: $\overline{FF^*_m}$) zu finden.

Für ein eindimensionales Modell vereinfacht sich bei Annahme der c-Richtung als gestörte Translationsrichtung (2.9) zu

$$I = R \cdot \sum_{m_3} (N_3 - |m_3|) \cdot \overline{F \cdot F^*_m} \, e^{-2\pi i \cdot m_3 \cdot l} \, , \tag{2.10}$$

wobei $R = \left(\frac{\sin \pi N_1 \cdot h}{\sin \pi h} \cdot \frac{\sin \pi N_2 \cdot k}{\sin \pi k} \right)^2$

Die Lösung von $\overline{F \cdot F^*_m}$ führt über die Aufstellung von Differenzengleichungen für die absoluten Wahrscheinlichkeiten P_m im Abstand m eine gleiche Schicht zu finden. Mit $\overline{F \cdot F^*_m}$ kann die kombinierte arithmetisch-geometrische Reihe berechnet werden, wie in einem später gezeigten Beispiel durchgeführt wird.

Damit konnte Wilson mit einer geringen Schwankung aus verschiedenen Interferenzen einen einheitlichen Fehlordnungsgrad berechnen.

2.5.3 Matrixmethode von Hendricks und Teller

Nach Wilson wurde der zur Auswertung der Intensitätsgleichung erforderliche Mittelwert $\overline{F \cdot F^*_m}$ durch folgende Gleichung gegeben:

$$\overline{F \cdot F^*_m} = \sum_i \sum_k p_i \cdot P^{(m)}_{ik} \cdot F_i \cdot F^*_k \tag{2.11}$$

wobei p_i = a-priori Wahrscheinlichkeiten und

$P_{ik}^{(m)}$ = a-posteriori Wahrscheinlichkeiten sind.

Hendricks und Teller /20/ zeigten, daß die $P_{ik}^{(m)}$ durch folgende Matrix gelöst werden können :

$$P = \begin{pmatrix} P_{11}^{(1)} P_{12}^{(1)} \cdots & P_{11'}^{(1)} P_{12'}^{(1)} \cdots \\ P_{21}^{(1)} P_{22}^{(1)} \cdots & P_{21'}^{(1)} P_{22'}^{(1)} \cdots \\ \vdots & \\ P_{1'1}^{(1)} P_{1'2}^{(1)} \cdots & P_{1'1'}^{(1)} P_{1'2'}^{(1)} \cdots \end{pmatrix}$$

Der von Hendricks und Teller gewählte Ansatz gilt nur für eine Wechselwirkung mit der Reichweite 1, d.h. die Wahrscheinlichkeiten $P_{ik}^{(1)}$ sind eindeutig durch die Ausgangsschicht bestimmt.

Bei der Matrixmethodewerdennun anstatt (2.11) für die p_i, F_i, F_k^* und den Phasengliedern weitere Matrizen gebildet. Die Intensität läßt sich dann durch die Spur bestimmter Produkte dieser Matrizen und der Matrix P angeben. Die Spur ist aber die Summe der Eigenwerte. Damit gilt

$$P_{ik}^{(m)} = \sum_j C_{ik}^{(j)} \cdot \lambda_j^m \quad \text{mit} \quad C_{ik}^{(j)} = a_{ij} \cdot A_{kj} / |A| \tag{2.12}$$

Die Matrix besteht aus den zu den Eigenwerten gehörenden Eigenvektoren. a_{ij} ist das entsprechende Element von A, A_{kj} die Adjunkte zu a_{kj}.

Vergleicht man nun Differenzen- und Matrixmethode miteinander, so zeigt sich, daß die Eigenwerte λ_j mit den Lösungen der Differenzengleichung, die Konstanten $C_{ik}^{(j)}$ mit den aus den Randbedingungen erhaltenen Konstanten übereinstimmen.

Die Eigenwerte ergeben sich also aus der Lösung der Säkulargleichung

$$|P - \lambda E| = 0 \,. \tag{2.12a}$$

Die Konstanten erhält man aus (2.12) oder aus den Randwertgleichungen.

2.5.4 Allgemeine Fehlordnungstheorie von Jagodzinski

Werden von den oben genannten Autoren nur Spezialfälle behandelt, so wird die Problemstellung von Jagodzinski /21,22,23,24/ ganz allgemein gehalten. Es wird die Wahrscheinlichkeit des Ausfalls irgendeiner geordneten Netzebene in Abhängigkeit vom Ordnungszustand ihrer Umgebung ermittelt. Zu einer exakten Lösung müßten also in die Berechnung alle Schichten, die einen Einfluß auf die Ausgangsschicht haben, einbezogen werden, d.h. es müßte mit einer beliebig großen Reichweite s der Wechselwirkung gerechnet werden. Da dies nicht möglich ist,müssen Näherungslösungen für kleine s eingeführt werden, um Abschätzungen für größere Reichweiten durchführen zu können.

Durch Einführung von Komplexionen vom Grad s kann die oben erwähnte (auf s=1 eingeschränkte) Matrixmethode theoretisch auf beliebige Reichweiten erweitert werden. Unter einem Komplexion vom Grad s versteht man eine Anordnung von s Netzebenen beliebiger Art und Lage.

Vergleicht man die Ergebnisse für s=0 mit denen für s=1, so ergibt sich, daß in beiden Fällen bei eindimensionaler Lagenfehlordnung Gitterstäbe mit entweder nur scharfen oder nur diffusen Reflexen auftreten. Bei s=1 unterliegt die Intensität auf den Gitterstäben gewissen von der Fehlordnungsrichtung abhängigen Schwankungen. Bei der eindimensionalen Artenfehlordnung treten auf allen Gitterstäben scharfe und diffuse Intensitäten auf, wobei wieder für s=1 eine Intensitätsabhängigkeit von der Fehlordnungsrichtung zu beobachten ist.

Kakinoki und Komura /25/ zeigten, daß die Differenzen- und Matrixmethode äquivalent sind. Die Matrixmethode scheint gerade für die Berechnung größerer Reichweiten vorteilhaft zu sein, da durch Einsatz von Computern bei Existenz eines Matrixinversionsprogramms Eigenwerte und -vektoren leicht zu ermitteln sind.

Die Intensitätsberechnung einer Artenfehlordnung basierend auf eine lamellare Entmischung wird in einem späteren Abschnitt gezeigt.

2.6 Theoretische Modelle für strukturelle Verwachsungen

Die Silikate gehören zu den weitverbreitesten natürlich vorkommenden Mineralien. Deshalb ist es von Wichtigkeit Verwachsungserscheinungen und damit verbundene strukturelle Komplexitäten zu untersuchen.

Im nachfolgenden Abschnitt sollen nach einem Einteilungsschema von Korekawa /26/ Modelle von chemisch homogenen und inhomogenen Verwachsungen diskutiert werden.

2.6.1 Strukturelle Eigenschaften chemisch homogener Verwachsungen

In Abb.1 wird ein zweidimensionaler Gitterausschnitt eines idealen Kristalls und dessen reziprokes Gitter gezeigt.

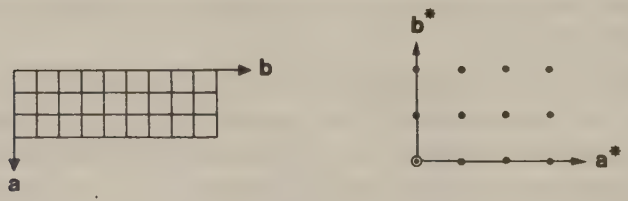


Abb.1: Reelles und reziprokes Gitter eines nichtgestörten Kristalls

Die Einheitszelle hat den Strukturfaktor

$$F = \sum_j f_j \cdot e^{-2\pi i(\vec{r}_j \vec{S}/\lambda)} \quad , \qquad (2.13)$$

wobei f_j die Atomformfaktoren und $2\pi(\vec{r}_j \vec{S}/\lambda)$ deren Phasendifferenzen sind.

Die Intensität beträgt dann

$$I = F \cdot F^* = |F|^2$$

2.6.1.1 Einfacher Zwilling

Eine in der Natur häufig auftretende Verwachsung ist die des Zwillings (Abb.2).

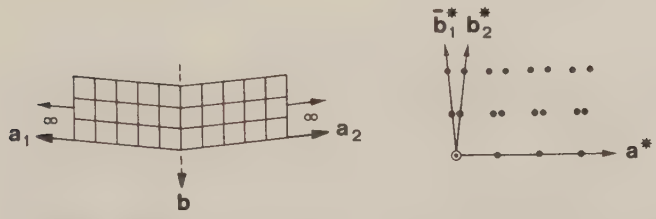


Abb.2: Reelles und reziprokes Gitter eines einfachen Zwillings

Zwillinge sind gesetzmäßige Verwachsungen gleicher Art, d.h. durch Symmetrieelemente können die Individuen ineinander überführt werden. Im wesentlichen gibt es zwei Symmetrie- oder Zwillingselemente, die Zwillingsebene und die Zwillingsachse. Bei einem einfachen Zwilling mit n_1 bzw. n_2 Elementarzellen summieren sich die entsprechenden Reflexintensitäten der beiden Individuen im Koinzidenzfall (senkrecht zur Zwillingsgrenzfläche) folgendermaßen:

$$I = n_1 \cdot |F_1|^2 + n_2 \cdot |F_2|^2$$

2.6.1.2 Zwilling mit periodisch auftretenden Grenzflächen

Abb.3 zeigt eine periodische reguläre Verzwilligung, d.h. nach jeweils einer gleichbleibenden Anzahl von Elementarzellen tritt eine Zwillingsgrenzfläche auf. Das reziproke Gitter weist neben den Braggreflexen eine Überstruktur auf.

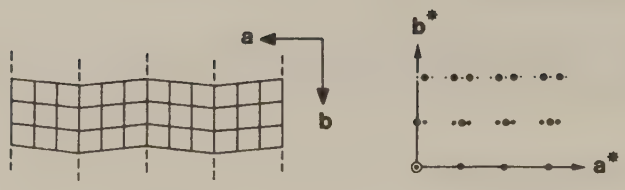


Abb.3: Reelles und reziprokes Gitter eines regulär periodischen Zwillings

Die Intensitätsverteilung im reziproken Gitter läßt sich nach der Satellitentheorie von Korekawa /27/ berechnen. Danach können Überstrukturen durch Fourierreihen von Dichte- und Verschiebungswellen dargestellt werden.

DerFall des regulären periodischen Zwillings kann mit einer transversalen Verschiebungswelle verglichen werden. Durch einen einfach harmonischen Ansatz wird die transversale Verschiebungswelle $\eta(m_1)$ folgendermaßen beschrieben:

$$\eta(m_1) = B_{1,1} \cdot \sin 2\pi \frac{m_1 + \phi_{B_{1,1}}}{M_1} \quad , \qquad (2.15)$$

wobei $B_{1,1}$ = der erste Fourierkoeffizient der eine Verschiebungswelle darstellenden Fourierreihe,

$\phi_{B_{1,1}}$ = Phasenverschiebung des ersten Glieds der Fourierreihe,

$M_1 \cdot a_0$ = Gitterkonstante des Übergitters.

Der Strukturfaktor wird dann zu

$$F(hkl) = \frac{1}{N} \cdot \sum_{m_1, m_2, m_3} e^{2\pi i(hm_1 + k(m_2 + \eta(m_2)) + lm_3)}$$

$$= \Big[I_0 (2\pi k B_{1,1}) \cdot g(h) + \sum_{n=1}^{\infty} \Big\{ I_{-n}(2\pi k B_{1,1}) \cdot e^{-2\pi i n \left(\frac{\phi_{B_{1,1}}}{M_1}\right)} g(h - \frac{n}{M_1}) +$$

$$I_n(2\pi k B_{1,1}) \cdot e^{2\pi i n \left(\frac{\phi_{B_{1,1}}}{M_1}\right)} \cdot g(h + \frac{n}{M_1}) \Big\} \Big] \cdot g(k) \cdot g(l) \quad , \qquad (2.16)$$

wobei I_i Besselfunktionen, $g(x)$ Gitterfunktionen an der Stelle x, $N = N_1 \cdot N_2 \cdot N_3$ Anzahl der Elementarzellen in den jeweiligen Translationsrichtungen $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$ sind.

Aus (2.16) ersieht man, daß ein Hauptreflex von unendlich vielen Paaren von Satellitenreflexen begleitet wird. Es kommt zur Koinzidenz der Reflexe.

Abb.4 zeigt eine Überstruktur mit $M_1 = 10$, $B_{1,1} = 1/4\,\pi$ und $\phi_{B_{1,1}} = 0.5$.

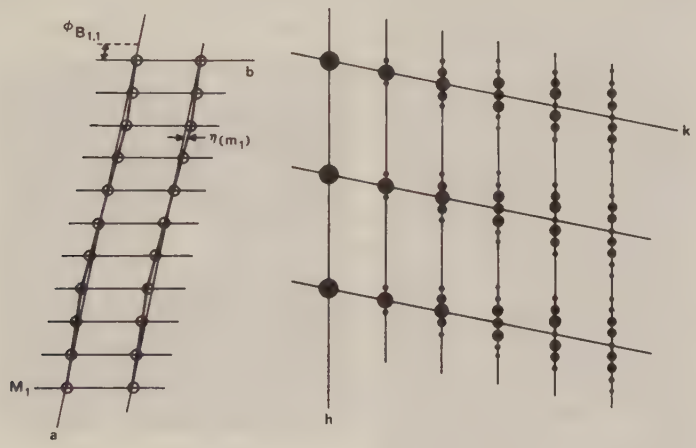


Abb.4: a) Übergitter einer sinusförmigen, transversalen Verschiebungswelle und
b) Intensitätsverteilung (Korekawa /27/)

2.6.1.3 Zwilling mit weit auseinanderliegenden Grenzflächen

Ein Spezialfall des regulären periodischen Zwillings tritt dann auf, wenn die Abstände zwischen den Zwillingsflächen groß werden (Abb.5). Das reziproke Gitter zeigt an den Gitterplätzen der beiden Zwillingsindividuen in der Richtung senkrecht zur Grenzfläche verbreiterte Reflexe. Diese Beobachtung läßt sich aus (2.16) sofort erklären. Da die Überstrukturperiode $M_1 \cdot a_o$ nun groß wird, verschieben sich die Satelliten in Richtung des zugehörigen Braggreflexes. Da eine Auf-

lösung der einzelnen Satelliten in diesem Fall nicht mehr möglich ist, erscheinen die Reflexe in Richtung a* ausgelenkt (Abb.5).

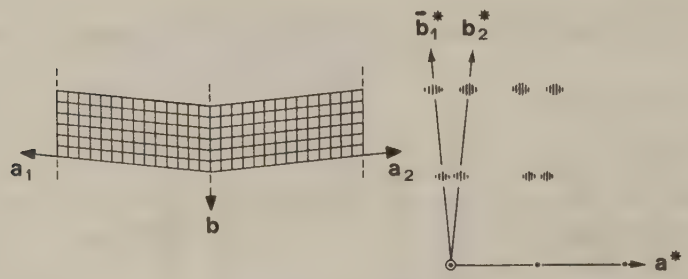


Abb.5: Reelles und reziprokes Gitter eines regulär periodischen Zwillings mit großen Abständen

2.6.1.4 Zwilling mit statistisch auftretenden Grenzflächen

In Abb.6 wird eine Mikroverzwilligung gezeigt. Hierbei treten Zwillingsgrenzflächen unregelmäßig nach einigen wenigen Einheitszellen auf.

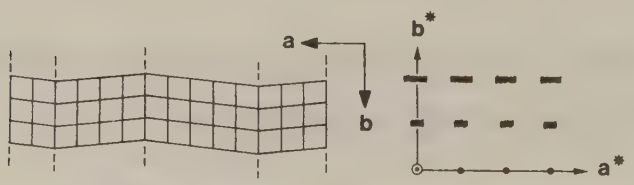


Abb.6: Reelles und reziprokes Gitter eines irregulären periodischen Zwillings

Nach der Fehlordnungstheorie von Jagodzinski/21,22,23,24/ handelt es sich nur dann um eine eindimensionale Lagenfehlordnung, wenn die Strukturfaktoren F der beiden Individuen gleich sind und als Symmetrieoperation die Translation in Fehlordnungsrichtung maßgebend ist.

Bei anderen Symmetrieoperationen, wie Drehungen, Spiegelungen usw. ändert sich die Situation dann, wenn durch eine Symmetrieoperation F in sich selbst überführt wird. Eine systematische Behandlung der symmetrisch verschiedenen Möglichkeiten erfolgte durch Dornberger - Schiff /86/.

Iijima und Buseck /28/ verdeutlichen am Beispiel eines Klinoenstatits eine irreguläre Verzwilligung nach (100) (Abb.7).

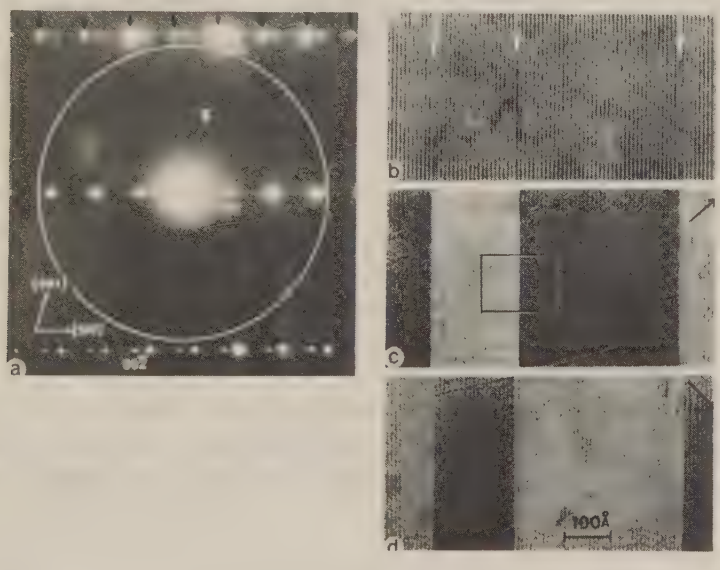


Abb.7: Elektronenbeugungsbilder eines getemperten Klinoenstatits (Iijima und Buseck /28/)

Aufnahme 7b zeigt in Richtung der weißen Pfeile die Zwillingsgrenzfläche. In 7b liegt der Elektronenstrahl senkrecht zu b*. Bei leichter Neigung des Elektronenstrahls bildet sich, je nach Neigungsrichtung, ein unterschiedlicher Kontrast zwischen den jeweiligen Individuen (7c,d).

Als Spezialfall seiner Theorie über die Beugung von Kristallen mit planaren Fehlern behandelt Cowley /29/ die Mikroverzwilligung.

Cowley stellt allgemeine Pattersonfunktionen $P(\vec{r})$ auf, deren Komponenten 0,1,2,3,..... Zwischenschichtvektoren $\vec{R}_n$ beinhalten (Abb.8).

wobei $P_o(\vec{r})$, $P_1(\vec{r})$, $P_2(\vec{r})$, $P_3(\vec{r})$, ... Pattersonfunktionen unter Berücksichtigung der Reichweiten s=0,1,2,3, ... sind.

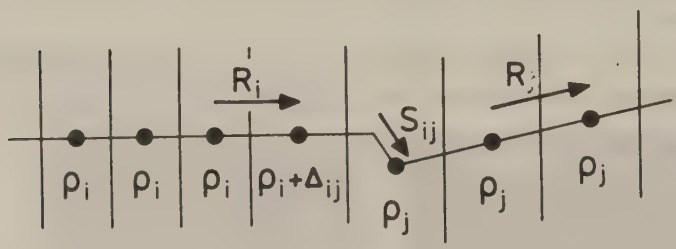


Abb.8: Übergang einer Struktur mit der Elektronendichte $\rho_i(\vec{r})$ mit Translationsvektor $\vec{R}_i$ zu einer Struktur ρ_j mit Translationsvektor $\vec{R}_j$. $\vec{S}_{ij}$ ist der Verschiebungsvektor an der Fehlstelle und Δ_{ij} die Änderung der Elektronendichte an der Fehlstelle.

Die Fouriertransformierten der Pattersonfunktionen geben die entsprechenden Intensitätsverteilungen I_0, I_1, I_2, I_3, ... Der Ausdruck für die Gesamtintensität entspricht dann einer Serie von Gliedern von 0,1,2,3, ... Fehlern.

$$
\begin{aligned}
I/N = & \sum_i g_i(1-A_i)|F_i|^2 + \sum_i g_i \sum_j \alpha_{ij}|F_i+G_{ij}|^2 \\
& + \sum_i g_i(1-A_i)F_i^* \exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,\mathbf{R}_i\} \\
& \times \Bigg[F_i' + \frac{\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,\mathbf{R}_i\}}{1-(1-A_i)\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,\mathbf{R}_i\}}\Bigg[B_i \\
& + \sum_j \alpha_{ij}\frac{\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,(\mathbf{R}_j+\mathbf{S}_{ij})\}}{1-(1-A_j)\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,\mathbf{R}_j\}}\Bigg[B_j \\
& + \sum_k \alpha_{jk}\frac{\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,(\mathbf{R}_k+\mathbf{S}_{jk}\}}{1-(1-A_k)\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,\mathbf{R}_k\}}\Big[B_k+\ldots\Big]\Big]\Big]\Big] \\
& + \sum_i g_i \sum_j \alpha_{ij}(F_i^*+G_{ij}^*)\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,(\mathbf{R}_i+\mathbf{S}_{ij})\} \\
& \times \Bigg[F_j' + \frac{\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,\mathbf{R}_j\}}{1-(1-A_j)\exp\{2\pi i\mathbf{u}\,.\,\mathbf{R}_j\}}\Bigg[B_j \\
& + \ldots\Big]\Big] + \text{c.c.}\,.
\end{aligned}
\qquad (2.17)
$$

wobei g_i = die a-priori Wahrscheinlichkeit des Auftretens einer i-ten Schicht,

$A_i = \sum_j \alpha_{ij}$ die a-posteriori Wahrscheinlichkeit, daß eine i-te Schicht einen Fehler beinhaltet,

$F'_i = F_i \cdot \sum_j \alpha_{ij} \cdot G_{ij}$ ist die gemittelte Strukturamplitude,

$B_i = (1 - A_i) \cdot F'_i + \sum_j \alpha_{ij} \cdot F'_j \cdot e^{2\pi i(\vec{u} \cdot \vec{S}_{ij})}$ ist die mittlere Strukturamplitude für die i-te Schicht plus ihrer möglichen Nachbarn,

G_{ij} = Fouriertransformierte von Δ_{ij} .

Werden nun zwei Schichten mit den Strukturfaktoren F_1 und F_2, den Translationsvektoren $\vec{R}_1$ und $\vec{R}_2$ und der Fehlerwahrscheinlichkeit α betrachtet und setzt man voraus, daß an der Grenzfläche der Zellinhalt nicht geändert wird, so betragen die Parameter aus (2.17) bei einer Mikroverzwilligung $S_{ij} = 0$, $G_{ij} = 0$, $g_i = 0.5$ und $A_i = \alpha$ (Abb.9).

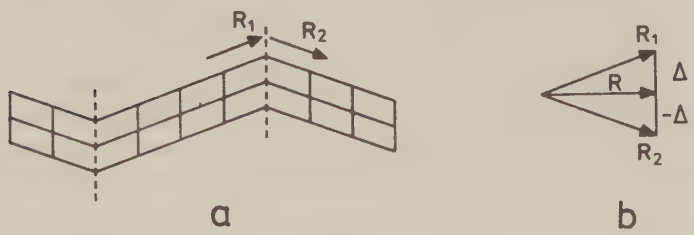


Abb.9: (a) Verzwilligung im reellen Raum mit Translationsvektoren $\vec{R}_1, \vec{R}_2$
(b) Mittlerer Translationsvektor $\vec{R}$ mit $\vec{R}_1 = \vec{R} + \vec{\Delta}$ und $\vec{R}_2 = \vec{R} - \vec{\Delta}$

Jeder reziproke Gitterpunkt h eines gemittelten Gitters ist im Abstand $\pm\varepsilon$ von einem Zwillingspaar umgeben. Mit diesen Annahmen läßt sich nun die Intensitätsverteilung für einen irregulär periodischen

Zwilling aus (2.17) herleiten.

$$\begin{aligned}\frac{I}{N}(u) = \alpha(1-\alpha)[&|F_1|^2\{1-\cos 2\pi\mathbf{u}.(\mathbf{R}-\boldsymbol{\Delta})\}\\ &+|F_2|^2\{1-\cos 2\pi\mathbf{u}.(\mathbf{R}+\boldsymbol{\Delta})\}\\ &+2\{A_1A_2+B_1B_2)\cos 2\pi\mathbf{u}.\boldsymbol{\Delta}\\ &+(A_1B_2-A_2B_1)\sin 2\pi\mathbf{u}.\boldsymbol{\Delta}\}(\cos 2\pi\mathbf{u}.\mathbf{R}\\ &-\cos 2\pi\mathbf{u}\boldsymbol{\Delta})]\{\alpha^2\sin^2 2\pi\mathbf{u}.\mathbf{R}+(1-\alpha)^2\\ &\times(\cos 2\pi\mathbf{u}.\mathbf{R}-\cos 2\pi\mathbf{u}.\boldsymbol{\Delta})^2]^{-1},\end{aligned} \tag{2.18}$$

wobei $F_i = A_i + iB_i$.

Geht $\alpha \longrightarrow 0$, so erhält man scharfe Braggreflexe proportional zu $|F_1|^2$ und $|F_2|^2$, für kleine $(\vec{u} \cdot \vec{\Delta})$ wird die Intensität proportional zu $|F_1 + F_2|^2$.

Integriert man (2.18) analytisch über eine reziproke Gitterperiode, so ist die Intensität immer proportional zu $|F_1|^2 + |F_2|^2$ unabhängig von $\vec{\Delta}$ und α .

Nach Cowley stimmt dieses Ergebnis mit Intensitätsmessungen dann überein, wenn der Fehlordnungsgrad nicht zu groß ist.

Die Cowley'sche Fehlordnungstheorie bringt keine neuen Erkenntnisse zu den vorher erwähnten früher entwickelten Rechnungen. Sie scheint für einen schnellen qualitativen Überblick der Fehlordnungsproblematik, sowie der Ermittlung von Eingangsparametern, nicht geeignet zu sein. Vom rechnerischen Aufwand entspricht sie der Matrixmethode, d.h. auch hier wird eine Anwendung von elektronischen Rechnern notwendig.

2.6.2 Strukturelle Eigenschaften chemisch inhomogener Verwachsungen

Während im vorherigen Abschnitt die Elementarzellen der Zwillingsindividuen gleiche Atomverteilungen hatten, treten bei den inhomogenen Verwachsungen verschiedene Phasen auf, die strukturell unterschiedlich sein können.

2.6.2.1 Inkohärente Verwachsungen

Unterscheiden sich die Gittermetriken der beiden Phasen deutlich voneinander, so ergibt sich in der Regel eine inkohärente Verwachsung. Beugungserscheinungen treten an beiden Individuen unabhängig voneinander auf, so daß im reziproken Gitter zwei getrennte Beugungsbilder erscheinen (Abb.10).

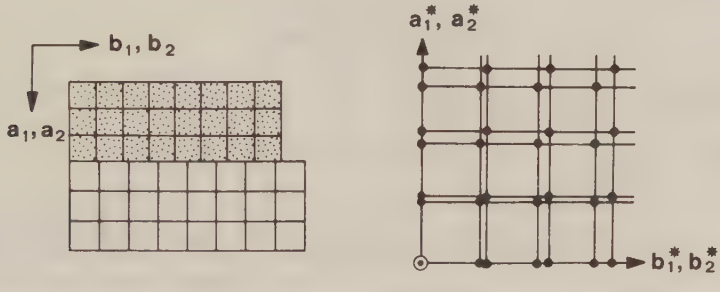


Abb.10: Reelles und reziprokes Gitter einer inkohärenten Verwachsung

Bei Reflexkoinzidenzen gilt wiederum

$$I = n_1|F_1|^2 + n_2|F_2|^2 \quad . \qquad (2.19)$$

2.6.2.2 Kohärente Verwachsungen mit periodisch auftretenden Grenzflächen

Sind die Gittermetriken der beiden Individuen an der Grenzfläche gleich, so muß eine Kohärenz zwischen den Gittern berücksichtigt werden. Tritt nur eine einzige Grenzfläche auf, so werden wieder zwei scharfe Reflexe abgebildet, deren Intensität im Koinzidenzfall im Gegensatz zu (2.19)

$$I = |n_1 F_1 + n_2 F_2|^2 \qquad (2.20)$$

ist.

Bei periodisch auftretenden Grenzflächen werden Überstrukturreflexe beobachtet. Diese können im Fall eines orthogonalen Gitters durch eine longitudinale Verschiebungswelle beschrieben werden. Der einfach harmonische Ansatz einer longitudinalen Verschiebungswelle lautet

$$\xi(m_1) = A_{1,1} \cdot \sin 2\pi \frac{m_1 + \phi_{A_{1,1}}}{M_1} \quad . \qquad (2.21)$$

Der Strukturfaktor wird dann zu

$$F(hkl) = \frac{1}{N} \cdot \sum_{m_1, m_2, m_3} e^{2\pi i (h\,(m_1 + \xi(m_1)) + k \cdot m_2 + l \cdot m_3)} =$$

$$= \Big\{ I_o(2\pi h A_{1,1}) \cdot g(h) + \sum_{i=1}^{\infty} \Big[I_{-n}(2\pi h A_{1,1}) \cdot e^{(-2\pi i n \frac{\phi_{A_{1,1}}}{M_1})} \cdot g(h - \frac{n}{M_1}) +$$

$$I_n(2\pi h A_{1,1}) \cdot e^{(2\pi i n \frac{\phi_{A_{1,1}}}{M_1})}\, g(h + \frac{n}{M_1}) \Big] \Big\} \cdot g(k) \cdot g(l) \quad . \qquad (2.22)$$

Aus Gleichung(2.22) geht hervor, daß jeder Hauptreflex von unendlich vielen Satellitenreflexen begleitet wird, die miteinander koinzidieren.

In Abb.11,12 wird eine Überstruktur mit der Periode $M_1 = 10$ Zellen, dem Fourierkoeffizienten $A_{1,1} = 1/4\,\pi$ und der Phasenverschiebung $\phi_{A_{1,1}} = 1/2$ gezeigt (Korekawa /27/).

Aufgrund der Kleinwinkelstreuung kann es auch zur Bildung von Satelliten um Reflexe der nullten Ordnung (h=0) kommen.

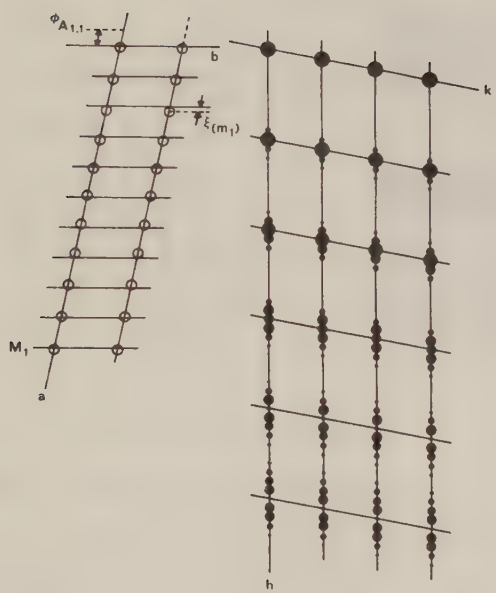


Abb.11: Übergitter einer sinusförmigen, longitudinalen Verschiebungswelle und

Abb.12: Intensitätsverteilung (Korekawa /27/)

2.6.2.3 Kohärente Verwachsungen mit statistisch auftretenden Grenzflächen

Sind die Grenzflächen zwischen den Phasen statistisch angeordnet, so werden bei häufig auftretenden Grenzflächen diffuse Streifen im reziproken Beugungsbild zu beobachten sein (Abb.13), wobei es wiederum aufgrund der Kleinwinkelstreuung zur Bildung von Satelliten um Reflexe der nullten Ordnung kommen kann.

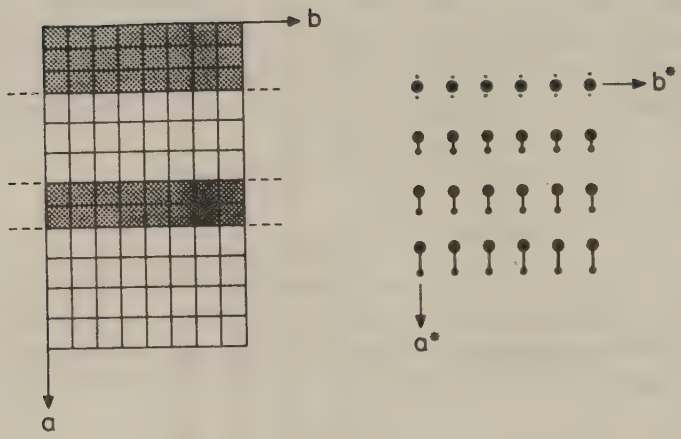


Abb.13: Reelles und reziprokes Gitter einer kohärenten Verwachsung mit statistisch auftretenden Grenzflächen

Hierbei handelt es sich um eine eindimensionale Artenfehlordnung. Ein wichtiges Beispiel für diese Fehlordnungsart findet man bei den Augit-Ausscheidungslamellen im Pigeonit und umgekehrt.
Im nächsten Abschnitt soll die Intensitätsverteilung eines Zwei-Lamellen-Systems abgeleitet werden.

2.6.2.3.1 Intensitätsverteilung einer lamellaren Struktur

Betrachtet werden zwei Lamellen unterschiedlicher Struktur mit den Streufaktoren F_1 und F_2. Die gemeinsame Verwachsungsebene sei kongruent, d.h. die Translationsvektoren $\vec{b}$ und $\vec{c}$ sind gleich, während der dritte Vektor $\vec{a}$ ungleich für beide Lamellen ist $(\vec{a}_1, \vec{a}_2)$. Die Anzahl der n Zellen in der Fehlordnungsrichtung variiert von Lamelle zu Lamelle (Abb.14).

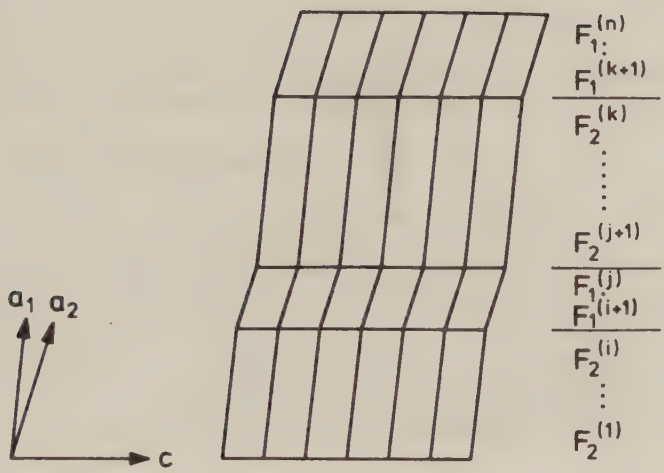


Abb.14: Modell einer fehlgeordneten Struktur mit zwei Lamellen und kongruenten Verwachsungsebenen

Der Kristall habe n Schichten $F_i^{(0)}$, $F_i^{(1)}$, ... , $F_i^{(n)}$ (i=1,2) in der Fehlordnungsrichtung. A_0, A_1, ... ,A_n , sowie B_0, B_1, ... ,B_n sind die Real- bzw. Imaginärteile der Strukturfaktoren in den n Schichten. Zur Vereinfachung werden die Amplituden und Intensitätsgleichungen nur in Abhängigkeit der Fehlordnungsrichtung hergeleitet. Der Übergang von I(h) zu I(hkl) geschieht durch

$$I(hkl) = R \cdot I(h) \tag{2.23}$$

mit $$R = \left(\frac{\sin \pi \cdot N_2 \cdot k}{\sin \pi \cdot k} \cdot \frac{\sin \pi \cdot N_3 \cdot l}{\sin \pi \cdot l} \right)^2 .$$

Wird die Streuamplitude der n-ten Schicht zu der Gesamtamplitude hinzugefügt, so erhält man nach Abb.15 für A(h) bzw. B(h) :

$$\begin{aligned} A(h) &= \sum_{j=1}^{n} A_j \cdot \cos(2\pi \cdot j \cdot h) - B_j \cdot \sin(2\pi \cdot j \cdot h) \\ B(h) &= \sum_{j=1}^{n} A_j \cdot \sin(2\pi \cdot j \cdot h) + B_j \cdot \cos(2\pi \cdot j \cdot h) \end{aligned} \tag{2.24}$$

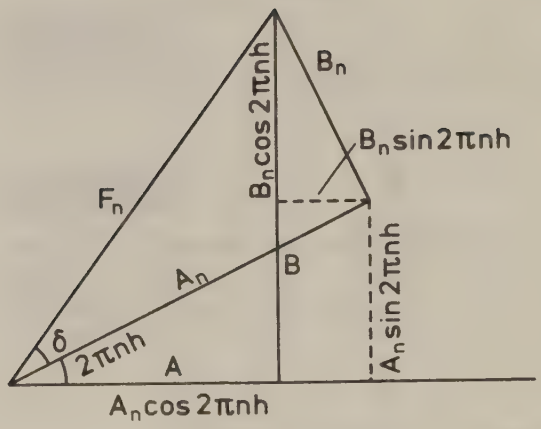


Abb.15: Konstruktion der Gesamtamplitude

Die Gesamtintensität ergibt sich nach geeigneter Zusammenfassung zu

$$
\begin{aligned}
I(h) &= (A^2(h) + B^2(h)) = \\
&= (A_o^2 + B_o^2) + (A_1^2 + B_1^2) + \dots + (A_n^2 + B_n^2) + \\
&\quad +2\,(A_oA_1+B_oB_1) + \dots\dots + (A_{n-1}A_n+B_{n-1}B_n) \quad \cos(2\pi h) + \\
&\quad +2\,(A_oA_2+B_oB_2) + \dots\dots + (A_{n-2}A_n+B_{n-2}B_n) \quad \cos(4\pi h) + \\
&\quad + \dots\dots\dots\dots \qquad \dots\dots\dots\dots + \\
&\quad \vdots \\
&\quad -2\,(A_oB_1-A_1B_o) + \dots\dots + (A_{n-1}B_n-A_nB_{n-1}) \quad \sin(2\pi h) - \\
&\quad -2\,(A_oB_2-A_2B_o) + \dots\dots + (A_{n-2}B_n-A_nB_{n-2}) \quad \sin(4\pi h) - \\
&\quad - \dots\dots\dots\dots \qquad \dots\dots\dots\dots - \\
&\quad \vdots
\end{aligned}
\tag{2.25}
$$

Gehören A_j und B_j zu F_j und A_{j+m}, B_{j+m} zu F_{j+m}, so wird

$$F_j \cdot F_{j+m} = (A_j A_{j+m} + B_j B_{j+m}) - i(A_j B_{j+m} - A_{j+m} B_j) \; . \tag{2.26}$$

Die Lösung der Intensitätsgleichung (2.25) führt also über das Auffinden von mittleren Werten J_m und K_m mit

$$J_m = \langle A_j A_{j+m} + B_j B_{j+m} \rangle \;\hat{=}\; \langle A \cdot A' + B \cdot B' \rangle$$

$$K_m = \langle A_j B_{j+m} - A_{j+m} B_j \rangle \;\hat{=}\; \langle A \cdot B' - A' \cdot B \rangle \; . \tag{2.27}$$

Die Intensitätsgleichung (2.25) wird dann zu

$$\begin{aligned} I(h) = \; & N_1 \cdot J_o + 2(N_1-1) \cdot J_1 \cdot \cos(2\pi h) + 2(N_1-2) \cdot J_2 \cdot \cos(4\pi h) + \ldots + \\ & + 2\, J_{N_1-1} \cdot \cos(2\pi(N_1-1)h) - 2(N_1-1) \cdot K_1 \cdot \sin(2\pi h) - \\ & - 2(N_1-2) \cdot K_2 \cdot \sin(4\pi h) - \ldots - 2\, K_{N_1-1} \cdot \sin(2\pi(N_1-1)h) \end{aligned} \tag{2.28}$$

oder in einer gekürzten Schreibweise

$$I(h) = \sum_{m=-(N_1-1)}^{(N_1-1)} (N_1 - |m|) \cdot \overline{F \cdot F^*_m} \; e^{2\pi i \cdot m \cdot h} \; . \tag{2.29}$$

$\overline{F \cdot F^*_m}$ kann nun aber nach Abschnitt 2.5 über die Ermittlung der Wahrscheinlichkeiten $P_{ik}^{(m)}$ nach der Differenzen- bzw. Matrixmethode berechnet werden.

Aus (2.11) und (2.12) ergibt sich

$$\overline{F \cdot F^*_m} = \sum_j \sum_{i,k} p_i \cdot C_{ik}^{(j)} \cdot \lambda_j^m \cdot F_i \cdot F^*_k \tag{2.30}$$

Mit $\lambda_j = |\lambda_j| \; e^{2\pi i \cdot \phi_j}$ und $K'_j = \sum_{i,k} p_i \cdot C_{i,k}^{(j)} \cdot F_i \cdot F^*_k$ wird dann (2.28) zu

$$I(hkl) = R \sum_m (N_1 - |m|) \sum_j K'_j \, |\lambda_j|^m \; e^{2\pi i \cdot m (h + \phi_j)} \tag{2.31}$$

Der Phasenfaktor ϕ_j berücksichtigt die Verschiebung der n-ten Zelle.

Für eine Reichweite s=1, d.h. eine Wechselwirkung findet nur zwischen den nächsten Nachbarn statt, wird nach Aufsummierung von (2.31)

$$I(hkl) = R \sum_{i=1}^{2} J_j \frac{1 - |\lambda_j|^2}{1-2|\lambda_j| \cdot \cos(2\pi(h+\phi_j)) + |\lambda_j|^2} - $$

$$- K_j |\lambda_j| \frac{\sin(2\pi(h+\phi_j))}{1-2|\lambda_j| \cos(2\pi(h+\phi_j)) + |\lambda_j|^2} \qquad (2.32)$$

Der Lösungsweg von (2.31) nach (2.32) wird in Anhang A1 beschrieben.

Die Eigenwerte lassen sich aus der Determinante (2.12a) $|P - \lambda E| = 0$ ermitteln, wobei $(1-\alpha_1)$ die Wahrscheinlichkeit einer Fortsetzung der Lamelle 1, $(1-\alpha_2)$ die Wahrscheinlichkeit einer Fortsetzung der Lamelle 2 bedeutet/21,22,23,24,31/.

$$\begin{vmatrix} (1-\alpha_1)\, e^{-i\varphi} - \lambda & \alpha_1\, e^{-i\varphi} \\ \alpha_2\, e^{+i\varphi} & (1-\alpha_2)\, e^{+i\varphi} - \lambda \end{vmatrix} = 0 \qquad (2.33)$$

mit $\varphi = 2\pi(\Delta_1 \cdot h + \Delta_2 \cdot k + \Delta_3 \cdot l)$.

h bezieht sich auf die gemittelte reziproke Gitterkonstante a*, welche durch

$$a^*_1 = a^* + \Delta_1 \cdot a^* + \Delta_2 \cdot b^* + \Delta_3 \cdot c^* \quad \text{und}$$

$$a^*_2 = a^* - \Delta_1 \cdot a^* - \Delta_2 \cdot b^* - \Delta_3 \cdot c^* \quad \text{definiert wird.}$$

Die beiden Eigenwerte ergeben sich dann zu

$$\lambda_{1,2} = 1/2 \left[(1-\alpha_1)\cdot e^{-i\varphi} + (1-\alpha_2)\cdot e^{+i\varphi}\right] \pm \sqrt{\alpha_1 + \alpha_2 - 1 + 1/4\left[(1-\alpha_1)\cdot e^{-i\varphi} + (1-\alpha_2)\cdot e^{+i\varphi}\right]^2} \qquad (2.34)$$

2.6.2.3.2 Diskussion der Intensitätsgleichung

Um eine detailliertere Aussage über den Verlauf der diffusen Streuung machen zu können, wird ein Rechenprogramm zur Auswertung der Intensitätsgleichung(2.32) erstellt.

Veränderliche Parameter sind

1. die mittleren Schichtdicken der beiden Lamellen in Å,
2. der Phasenwinkel φ und
3. die komplexen Strukturfaktoren F_1 und F_2 .

Der Zusammenhang der mittleren Schichtdicken mit den Nachfolgewahrscheinlichkeiten α_1 und α_2 läßt sich nach Dorner und Jagodzinski/30/ in einfacher Weise herstellen. Da $(1-\alpha_1)$ bzw. $(1-\alpha_2)$ der Fortsetzungswahrscheinlichkeit der Lamelle 1 bzw. Lamelle 2 entspricht, gilt :

$$\bar{d}_i = a_i \cdot \sum_{n=1}^{\infty} (1-\alpha_i)^{n-1} \cdot \alpha_i \cdot n$$

$$= a_i/\alpha_i \qquad , \qquad (2.35)$$

wobei $\bar{d}_i$ = die mittlere Schichtdicke der i-ten Lamelle (i=1,2) und
a_i = die Gitterkonstante der i-ten Lamelle.

Der trivialste Fall liegt vor, wenn in der Intensitätsgleichung (2.32) $\emptyset_j = 0$ und $F_1 = F_2$. Die beiden Lamellen sind strukturell nicht unterscheidbar, und da sie keine Phasenverschiebung gegeneinander aufweisen, tritt ein einfaches Gitter mit scharfen Braggreflexen auf.

Im Fall von $\emptyset_j = 0$ und $F_1 \neq F_2$ werden die Beträge der Eigenwerte zu $|\lambda_1| = 1$ und $|\lambda_2| = 1-\alpha_1-\alpha_2$, d.h. einem diffusen Reflex, dessen Halbwertsbreite proportional $|\lambda_2|$ ist, wird ein scharfer Peak ($|\lambda_1|$) überlagert. Die Konstanten K_j der asymmetrischen Glieder werden wegen $\emptyset_j = 0$ ebenfalls null, sodaß der diffuse Reflex immer symmetrisch ist. Wird $F_1 = -F_2$ so handelt es sich um einen **Reflex mit Antiphasenstrukturfaktoren (Abb.16).**

Ist $\emptyset_j \neq 0$ treten zwei Reflexe auf deren Diffusität von den Nachfolgewahrscheinlichkeiten α_1 und α_2 abhängen. In den Grenzfällen

Abb.16: Intensitätsverteilung eines Reflexes in Richtung a* mit einer Statistik mit Antiphasenstrukturfaktoren $F_1 = 1$, $F_2 = -1$, $\emptyset_j = 0$, $\alpha_1 = \alpha_2 = 0.1$

$\alpha_1 + \alpha_2 = 0$ bzw. $\alpha_1 + \alpha_2 = 1$ wird ein scharfer Reflex bzw. ein diffuser zu erwarten sein.

Der Fall des einfachen Zwillings kann mit $\alpha_1 + \alpha_2 = 0$, $F_1 = F_2$ und $\emptyset_j \neq 0$ (Abb.17a), der des Zwillings mit selten auftretenden Grenzflächen $\alpha_1 + \alpha_2 \longrightarrow 0$, $F_1 = F_2$ und $\emptyset_j \neq 0$ (Abb.17b) dargestellt werden.

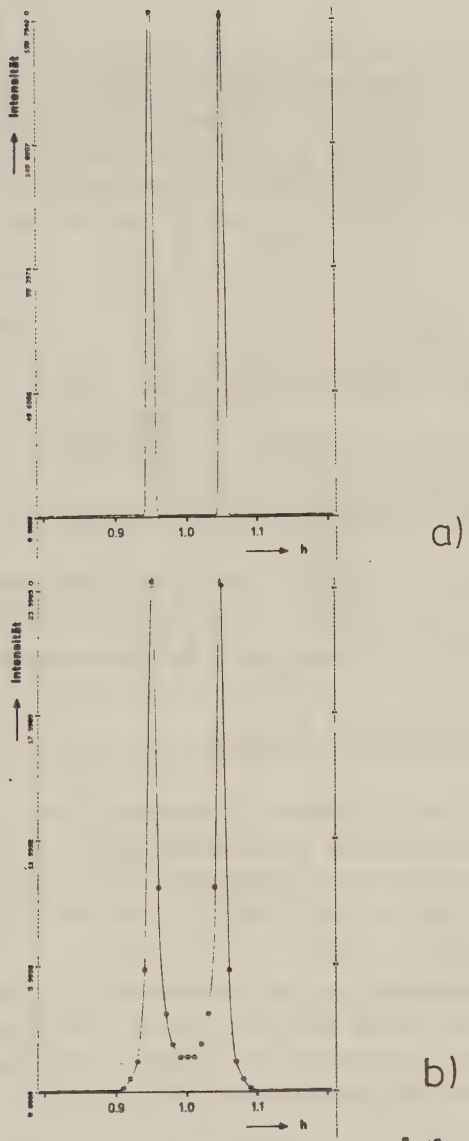


Abb.17: a) Einfacher Zwilling, Lamellendicke 2000 Å, $\varphi = 2\pi 0.05$, $F_1 = F_2 = 1$

b) Zwilling mit selten auftretenden Grenzflächen, Lamellendicke 250 Å, $\varphi = 2\pi 0.05$, $F_1 = F_2 = 1$

Den Intensitätsverlauf von polysynthetischen Zwillingsreflexen in Abhängigkeit des Strukturamplitudenverhältnisses zeigen Abb.19-23 für verschiedene Phasen. Abb.18 stellt das reziproke Gitter solch einer Mikroverzwilligung dar. Die Pfeile geben die Richtung an, in der die in Abb.19-23 aufgeführten Intensitätsprofile gerechnet wurden.

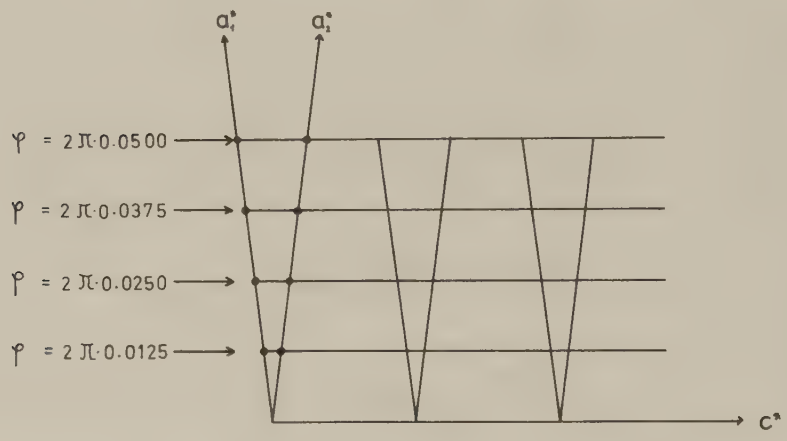


Abb.18: Ausschnitt eines reziproken Gitters einer Mikroverzwilligung

Beachtenswert ist der Einfluß der Asymmetrie, der für die beiden zugehörigen Reflexe immer gegeneinander verläuft. Abb.24 bringt eine Gegenüberstellung des symmetrischen und asymmetrischen Profils, wie sie sich aus dem ersten bzw. zweiten Glied der Intensitätsgleichung (2.32) ergeben.

Bei entgegengesetzter Phase der Strukturamplitude (Abb.23) machen sich die asymmetrischen Anteile am deutlichsten bemerkbar. Inwieweit daraus die Konstanten K_j zu ermitteln sind, hängt von der Genauigkeit der Untergrundkorrektur ab.

Theoretisch lassen sich also entweder durch eine genaue Messung der Intensitätsverteilung zwischen den entsprechenden Reflexen oder durch eine sehr exakte Profilanalyse die Phasen der Strukturfaktoren aus den Konstanten K_j des Asymmetrieterms bestimmen.

Dabei spielt die Lage der Grenzflächen eine besondere Bedeutung. Liegen diese nicht mehr auf dem Rand der Elementarzelle bzw. auf dem Symmetriezentrum, so müssen die komplexen Anteile der Strukturfaktoren mit in die weitere Rechnung einbezogen werden. Diese können unter Umständen die Konstanten wesentlich verändern, während sie auf die Eigenwerte keinen Einfluß haben, da diese unabhängig von den Strukturfaktoren sind.

Beschränkt man sich auf Intensitätsmessungen zwischen den Reflexen, so kann ohne eine genaue Bestimmung der Verteilung die Phase zumindestens auf +/- 30° bestimmt werden.

Somit kann zur Lösung eines komplizierten Phasenproblems ein fehlgeordneter Kristall unter gewissen Umständen nützlich sein.

Der Einfluß der Verteilung auf die Eigenwerte wird im Abschnitt 4.6.6 ausführlich an einem Beispiel dargestellt.

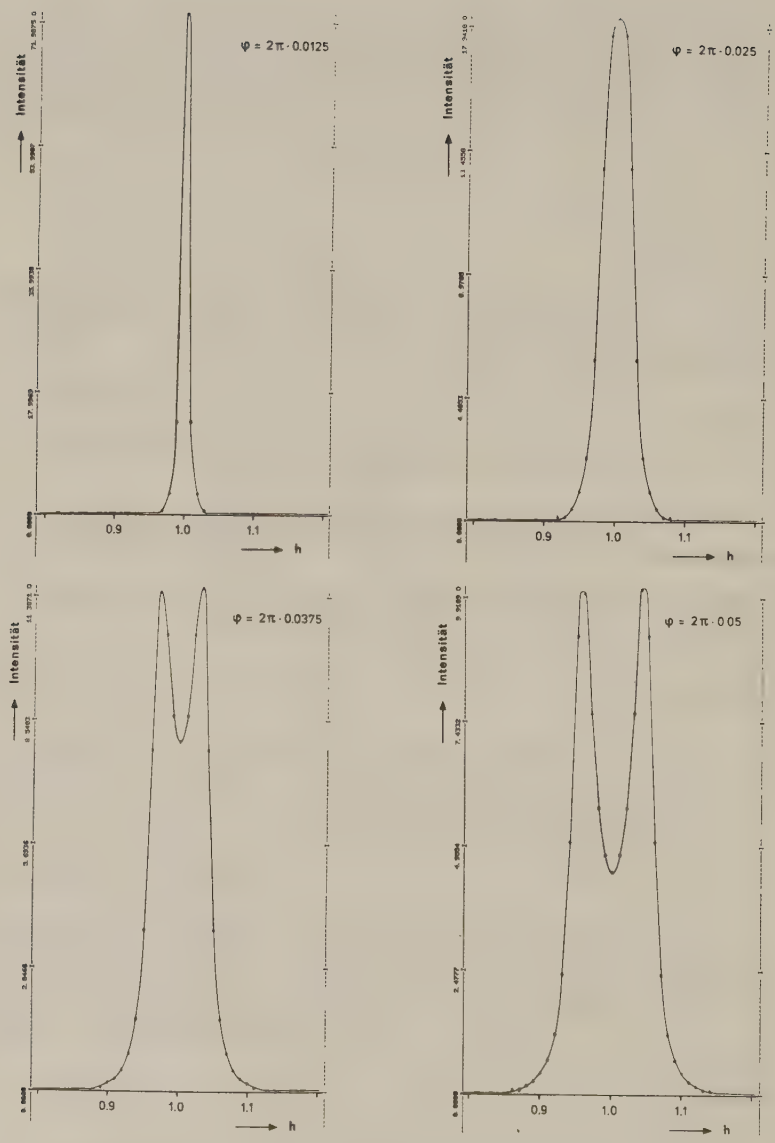


Abb.19: Intensitätsverlauf von Zwillingsreflexen mit
$F_1 = 1$, $F_2 = 1$, $\alpha_1 = \alpha_2 = 0.1$

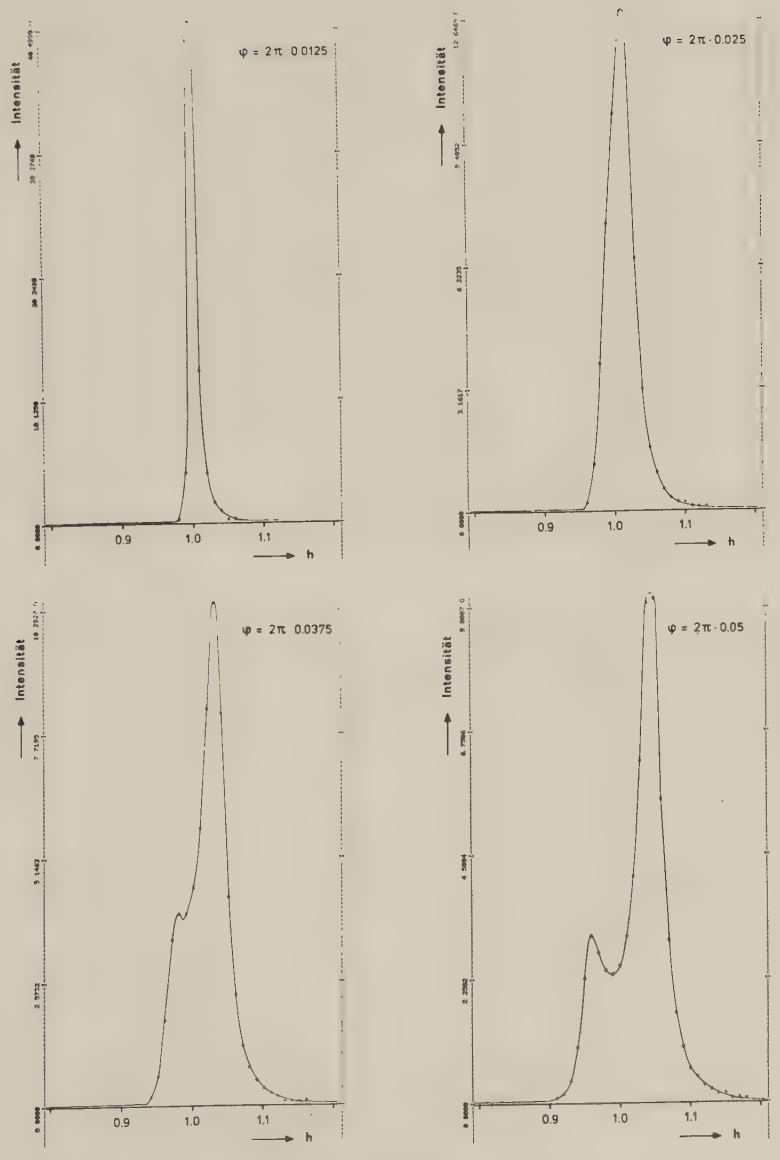


Abb.20: Intensitätsverlauf von Zwillingsreflexen mit
$F_1 = 1$, $F_2 = 0.5$, $\alpha_1 = \alpha_2 = 0.1$

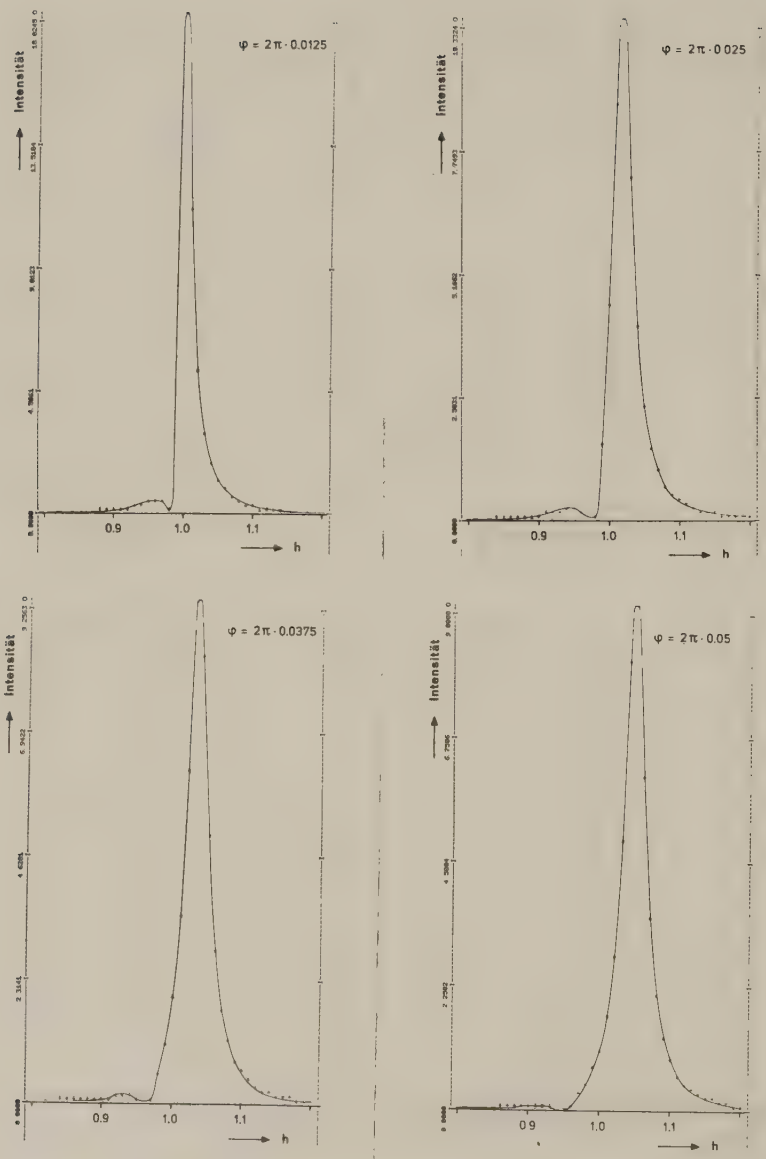


Abb.21: Intensitätsverlauf von Zwillingsreflexen mit $F_1=1$, $F_2=0$, $\alpha_1=\alpha_2=0.1$

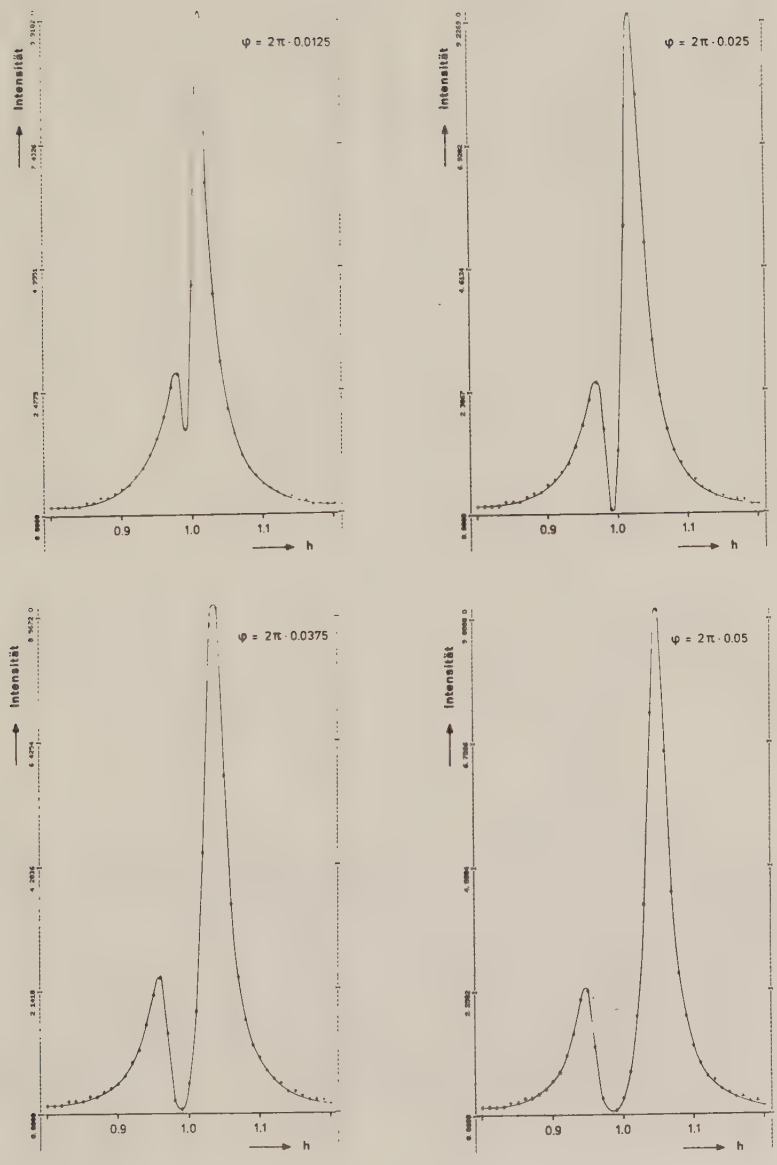


Abb.22: Intensitätsverlauf von Zwillingsreflexen mit $F_1=1$, $F_2=-0.5$, $\alpha_1=\alpha_2=0.1$

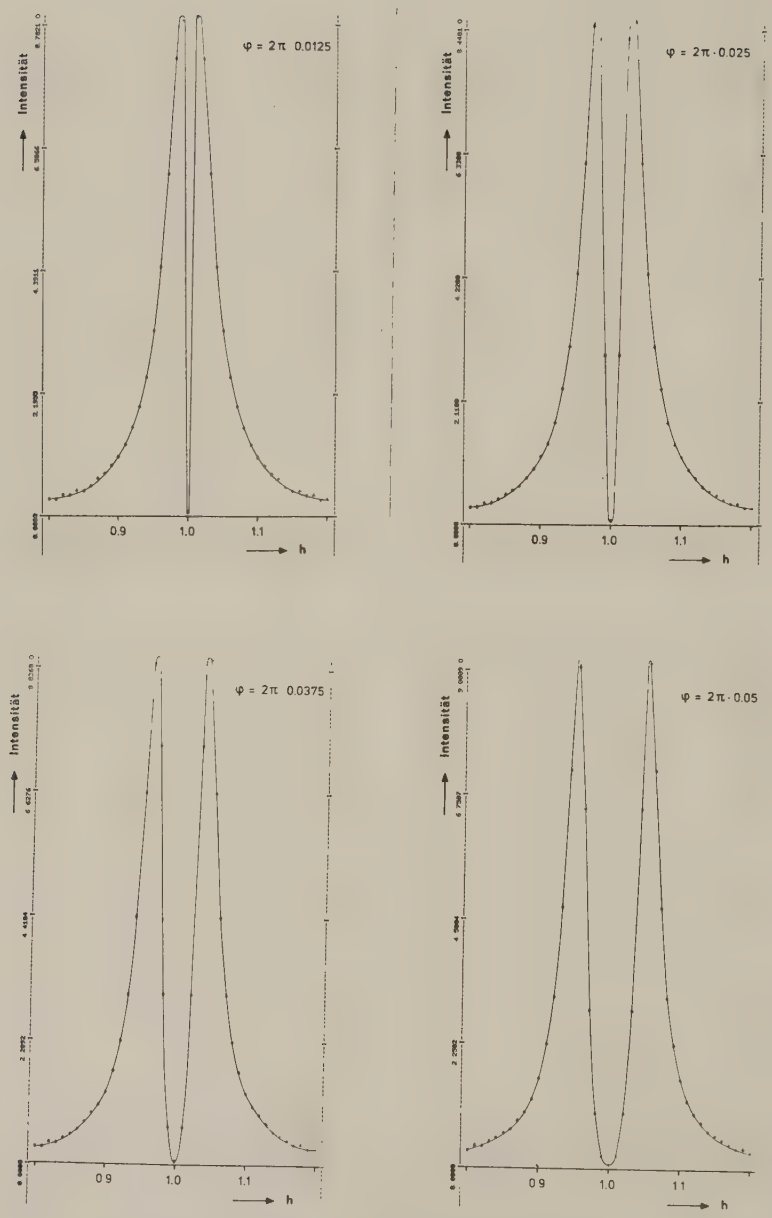


Abb.23: Intensitätsverlauf von Zwillingsreflexen mit $F_1=1$, $F_2=-1$, $\alpha_1=\alpha_2=0.1$

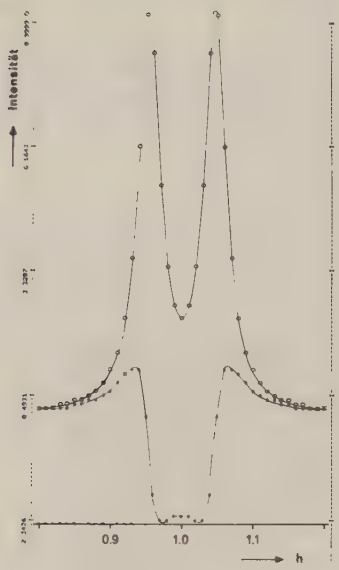


Abb.24: Intensitätsverlauf von Zwillingsreflexen mit $F_1 = F_2 = 1$, $\alpha_1 = \alpha_2 = 0.1$, $\varphi = 2\pi 0.05$

ooo symmetrischer Anteil gemäß Gl. (2.32)

*** asymmetr. Anteil gemäß Gl. (2.32)

In einer von Jagodzinski und Korekawa /31/ veröffentlichten Arbeit werden Aufnahmen von einem Pigeonit des lunaren Gesteins 14310 abgebildet, in denen Reflexe zu beobachten sind, deren Linienprofile zu den drei typischen Fällen $K < 0$, $K = 0$ und $K > 0$ gehören (Abb.25).

Dieser interessante Fall des Auftretens aller drei Möglichkeiten, der auf eine starke Änderung der Strukturfaktorphasen hindeutet, konnte weder in der Literatur noch in eigenen Beobachtungen nochmals gefunden werden. Vorwiegend treten nur Reflexprofile mit $K = 0$ und $K < 0$ auf.

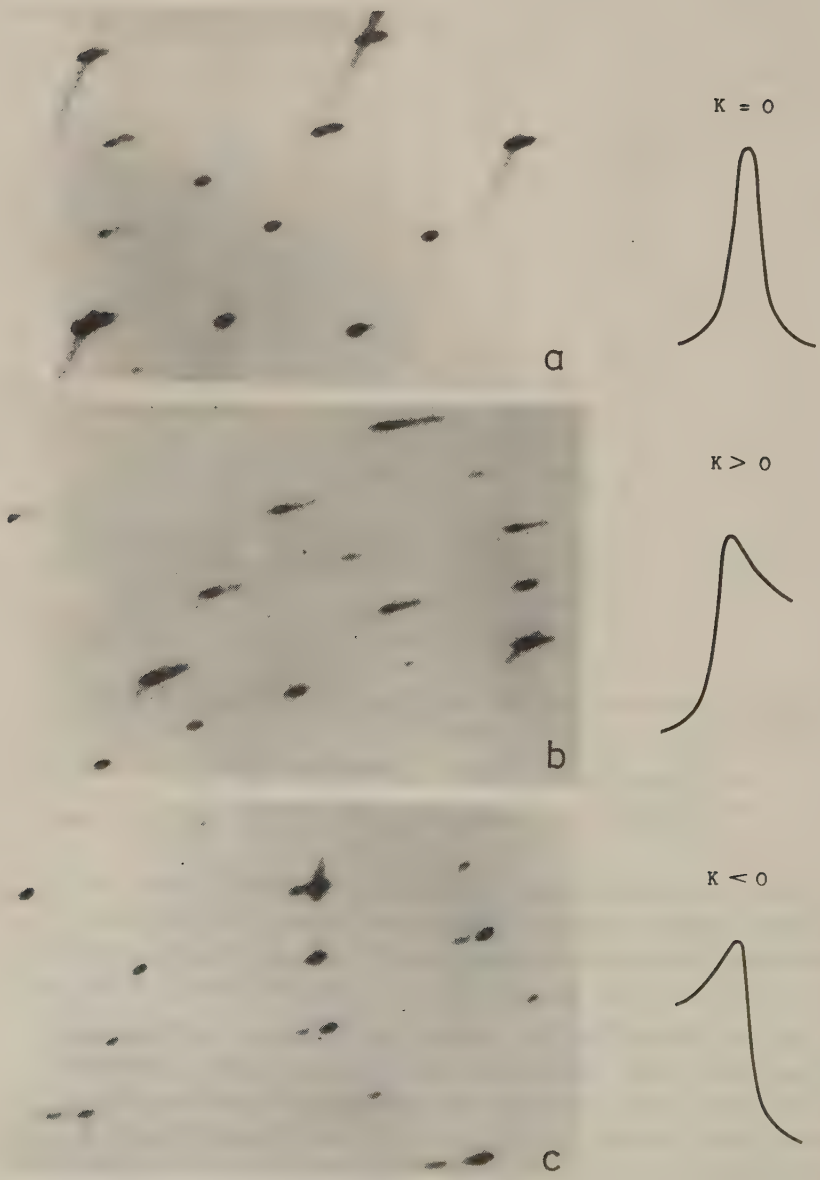


Abb.25: Ausschnitte aus [001] Weißenbergaufnahmen eines Pigeonits aus dem lunaren Gestein 14310.106
a) (hh0) , b) (hh2) , c) (0k2)
(aus Jagodzinski,Korekawa /31/)

2.6.2.4 Kohärente Verwachsungen bei Auftreten inkongruenter Grenzflächen

Im letzten Abschnitt sollen Verwachsungen betrachtet werden, bei denen unterschiedliche Gitterkonstanten in dem Bereich zwischen den Lamellen auftreten (Abb.26).

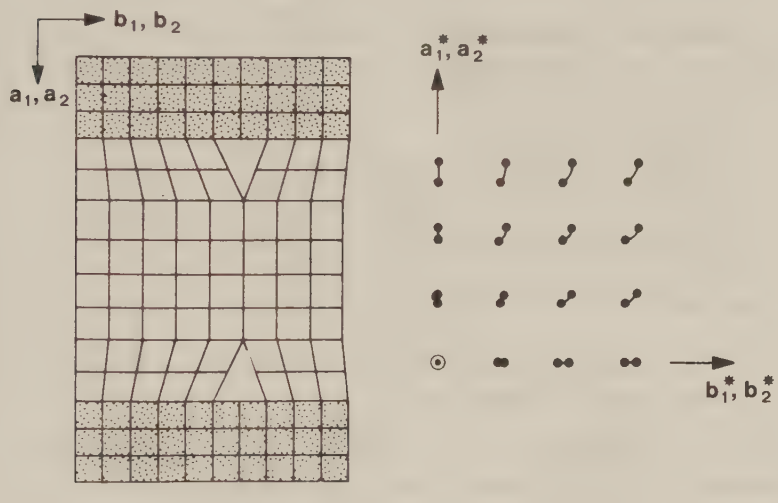


Abb.26: Reelles und reziprokes Gitter einer kohärenten Verwachsung mit auftretenden Störungen zwischen den Lamellen

In diesem Fall wird das Beugungsbild sehr kompliziert, da durch die unterschiedlichen Translationsvektoren zwischen den Lamellen in einem gewissen Bereich Spannungen auftreten und Versetzungen entstehen .

Jagodzinski und Korekawa /31/ geben einen qualitativen Ansatz zur Lösung dieses Fehlordnungproblems. Nach wie vor sollen in den zweidimensional ungestörten Bereichen (F_1, F_2) die b und c Gitterkonstanten unverändert sein, während für den Spannungsbereich die Strukturamplituden F_3, ... , F_{n+2} eingeführt werden (Abb.27).

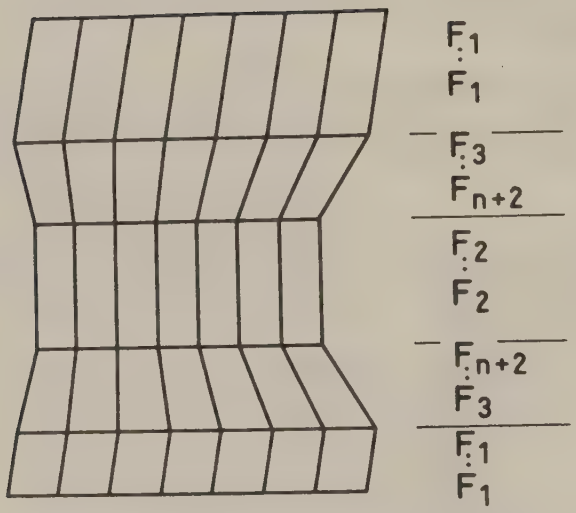


Abb.27: Modell einer lamellaren Struktur mit inkongruenten Verwachsungsebenen (aus /31/)

Es lassen sich also wieder für die Zellen in den geordneten $\vec{b}$ und $\vec{c}$ Richtungen Gitteramplituden R_1 und R_2 definieren mit

$$R_1 = \left(\frac{\sin(\pi N_2 \cdot k_\nu)}{\sin(\pi k_\nu)}\right) \quad \text{und} \quad R_2 = \left(\frac{\sin(\pi N_3 \cdot l_\nu)}{\sin(\pi l_\nu)}\right),$$

wobei die k_ν, l_ν verschieden sein können.

In dem Spannungsbereich treten nun nicht mehr scharfe Gitterfunktionen R_3, ... , R_{n+2} auf. Die Lösung der Intensitätsgleichung

$$I(hkl) = \sum_{i,k} \sum_{m} p_i \cdot P_{ik}^{(m)} \cdot R_i \cdot R_k^* \cdot F_i \cdot F_k^* \cdot e^{2\pi imh} \qquad (2.36)$$

hängt vom Produkt $R_i \cdot R_k^*$ ab.

Drei verschiedene Möglichkeiten lassen sich qualitativ beschreiben:

1) $R_i \cdot R_k^*$ $(R_i \cdot R_k^* \neq 0)$ sind streng kohärent. Der Fall wird dann auftreten, wenn nur geringe Unterschiede in den Gitterkonstanten b und c sind.

Auf einer reziproken Gittergerade treten neben den Braggreflexen der beiden Lamellen ein diffuser "streak" auf (Abb.28a).

2) $R_1 \cdot R_2^* = 0$, d.h. R_1 und R_2 sind inkohärent, während die sonstigen R_i kohärent bleiben. Diffuse z.T. gekrümmte "streaks" erscheinen zwischen den nicht mehr auf einer reziproken Gittergerade liegenden Reflexen (Abb.28b).

3) $R_i \cdot R_k^* = 0$ mit $i \neq k$, d.h. alle R_i sind inkohärent. Diffuse "streaks" treten nur noch senkrecht zur Verwachsungsebene auf (Abb.28c) .

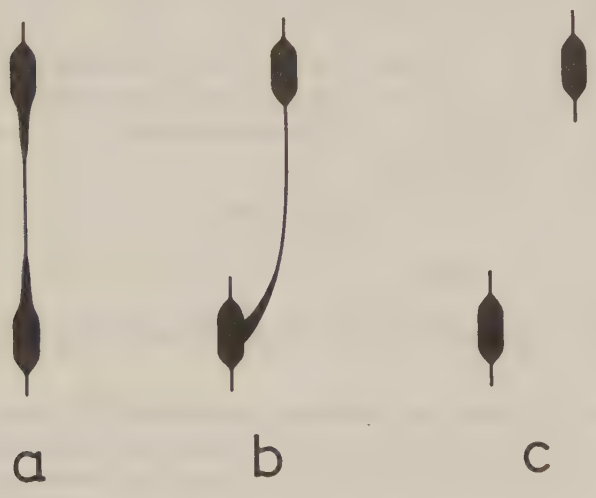


Abb.28: Intensitätsverlauf von Reflexen eines Lamellensystems mit kongruenten (a) und inkongruenten (b,c) Verwachsungen

Als Beispiel einer solch gearteten Verwachsung kann ein Oligoklas mit der Zusammensetzung $An_{16.5}$ aufgeführt werden /87/. Der aus röntgenographischen Aufnahmen ermittelte Intensitätsverlauf von g - Satellitenreflexe läßt auf eine Modulation der Gitterkonstanten schließen, die vermutlich einer Entmischung in Al-reiche und Al-arme Bereiche entsprechen.

Diese g-Satelliten $(h,k+\frac{1}{10},l$ mit $h+k=2n$, $l=2n)$ lassen auf eine longitudinale Gittermodulation mit kleiner Amplitude schließen.

2.7 Theorie für periodische Lamellensysteme

Während im vorhergehenden Abschnitt ausführlich auf Fehlordnungstypen mit asymmetrischer Domänenbreitenverteilung eingegangen wurde, soll zum Abschluß noch eine kurze Betrachtung über die von Adlhart/65/ entwickelte Theorie für annähernd periodische Lamellensysteme gemacht werden.

Bei Fällen mit symmetrischen Breitenverteilungen ist es am günstigsten auf die Darstellung der Domänen durch Fehlerwahrscheinlichkeiten zu verzichten und die mittlere Größe eines Domänentyps durch eine Verteilungsfunktion zu beschreiben.

Zur Berechnung der Intensität wird dabei die Pattersonfunktion $P(x)$ des Domänenkristalls gebildet. Eine spezielle Domäne $D_j(x)$ wird durch eine Gitterfunktion G_j und der Elektronendichte ϱ_j einer Elementarzelle beschrieben mit

$$D_j(x) = G_j(x) * \varrho_j(x) \quad ,$$

wobei

$$G_j(x) = \sum_{\nu=0}^{\Gamma_j} \delta(x - \nu \cdot a_j) \quad ,$$

Γ_j die Breite der Domäne und a_j die Gitterkonstante einer Elementarzelle einer Domäne ist.

Nimmt man an, daß die Domänenbreiten von benachbarten Domänen nicht korreliert sind, kann in der Pattersonfunktion des Gesamtkristalls die Summation über Domänen des gleichen Typs durch den Mittelwert über die Verteilungsfunktion ersetzt werden. Man erhält

$$P(x) = \sum_{m=-n}^{n} \sum_{k=1}^{K} \langle D_{k+m}(x-(x_{k+m}-x_k)) * D_k(-x) \rangle \; .$$

m summiert über Domänen, die durch m Grenzwände getrennt sind, k summiert über alle im Kristall vorkommenden Domänentypen.

Abb.29 zeigt die Streuung von einem Zwei-Lamellensystem mit den Domänengrößen 5 und 10 Gittereinheiten mit einer asymmetrischen (Abb.29a), sowie einer symmetrischen (Abb.29b) Verteilungsfunktion.

Ersteres ergibt den aus Abb.19 bekannten Fall von zwei Lorentzkurven mit mehr oder weniger stark ausgeprägter diffuser Streuung zwischen den Reflexen. Bei einer symmetrischen Verteilungsfunktion tritt ein zusätzliches Maximum auf, das sich durch Überstrukturbildung mit der Periode 1/(5+10) = 0.066 erklären läßt.

Auf einen Anwendungsfall wird in Kapitel 4 eingegangen.

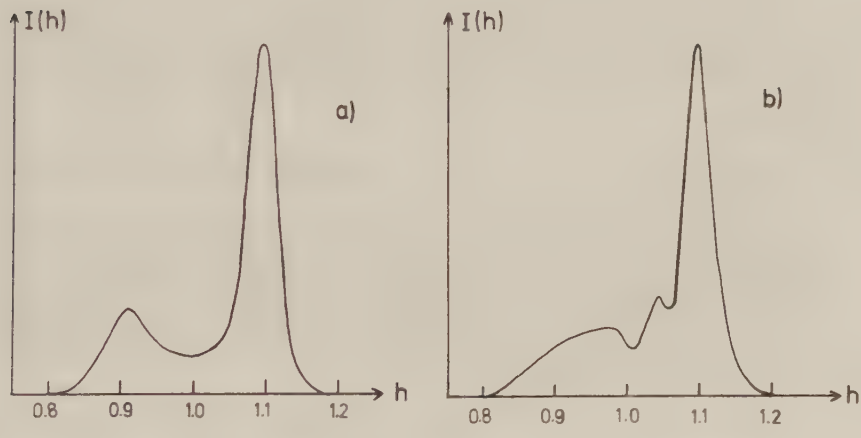


Abb.29: Intensitätsberechnung einer Anordnung von zwei Domänentypen mit
a) asymmetrischer und
b) symmetrischer Verteilungsfunktion

3. Pyroxene

Pyroxene gehören zu den wichtigsten gesteinsbildenden Mineralien. Aus diesem Grund sind deren strukturelle Eigenschaften, die Auskunft geben über die Entstehungsgeschichte und die geologischen Bedingungen unter denen Pyroxene gebildet werden, von großer Bedeutung.

Eine strukturelle Deutung der bei bestimmten Pyroxenen auftretenden Ausscheidungslamellen soll mit der in Kapitel 2 abgeleiteten Theorie der eindimensionalen Fehlordnung quantitativ untersucht werden.

3.1 Allgemeines

Einen Überblick über die Kristallchemie der Pyroxene wird von Zussmann /32/, Smith /33/, Brown /34/ und Morimoto /35/ gegeben. Die am häufigsten auftretenden Pyroxene lassen sich in einem Trapez darstellen, dessen Eckpunkte mit Diopsid, Hedenbergit, Enstatit und Ferrosilit besetzt sind (Abb. 30).

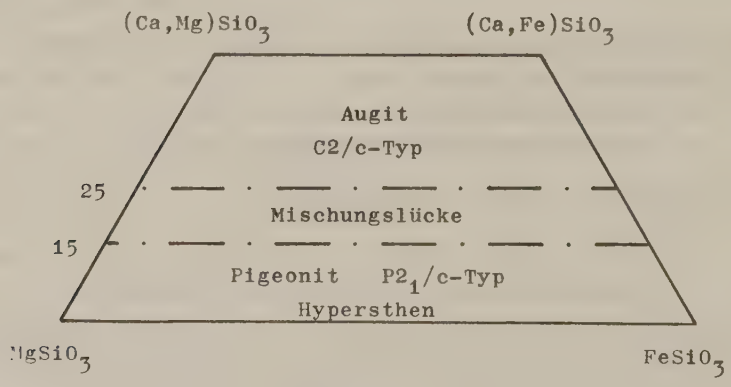


Abb.30: Schematische Darstellung der Ca-reichen und Ca-armen Pyroxene

Hess /36/ unterscheidet die Pyroxene in Ca-arme und Ca-reiche und erkannte aus seinen Untersuchungen an natürlichen Pyroxenen, daß sich eine Mischungslücke zwischen diesen beiden Gruppen ausbildet.

Neben den in Abb.30 erwähnten wichtigsten Pyroxenen, treten noch eine Vielzahl von anderen auf. Eine generelle chemische Formel für Pyroxene gibt Zussmann /37/ mit

$$X\ Y\ Z_2\ O_6\ ,$$

wobei X = Ca, Mg, Fe^{2+}, Mn, Na, Li,
Y = Mg, Fe^{2+}, Mn, Al, Fe^{3+},
Z = Si,Al .

3.2 Prinzip der Pyroxenstruktur

Innerhalb der Silikatgruppe werden die Pyroxene auf Grund ihrer charakteristischen $(SiO_3)_n$ - Tetraederketten den Kettensilikaten zugeordnet, wobei entweder eine oder zwei unterschiedlich geknickte Ketten parallel der c-Achse verlaufen (Abb.31).

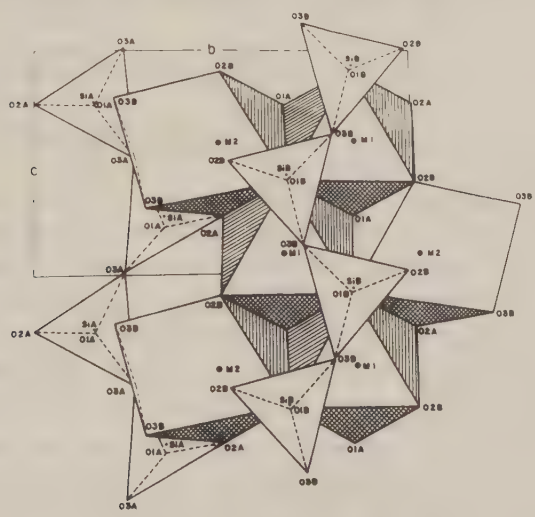


Abb.31: Pigeonitstruktur projeziert auf (100)
(aus Morimoto et al. /38/)

Die Kationen sitzen auf den Plätzen M1 und M2, wobei in der Regel die größeren Ca- und Na-Ionen den Platz M2 besetzen. Die kleineren M1 - Kationen haben eine mehr oder weniger gut ausgebildete oktaedrische Koordination. Dagegen besitzen die M2 - Atome verschiedene Koordinationen. So tritt die Koordinationszahl 6 bei Besetzung des M2 - Platzes mit Mg (Klinoenstatit), die Koordinationszahl 8 bei Ca (Diopsid) und eine dazwischenliegende Koordinationszahl 7 bei statistischer Besetzung mit Mg und Fe (Pigeonit) auf. Die von Morimoto et al. /38/ eingeführte Koordinationszahl 7 ist in der Literatur sehr umstritten. Im Kapitel 4.5 wird bei der Diskussion der verfeinerten Pigeonitstruktur auf dieses Problem näher eingegangen.

Die beiden Polyeder verlaufen ebenso wie die Tetraederketten parallel zu c und können als zweite charakteristische Baueinheit für Pyroxene angesehen werden (Abb.31).

Betrachtet man die entlang der Tetraederkette projezierte Ebene einer idealisierten Pyroxenstruktur, so läßt sich die Struktur als Folge von Tetraederschichten alternierend mit Polyederschichten aufbauen (Abb.32).

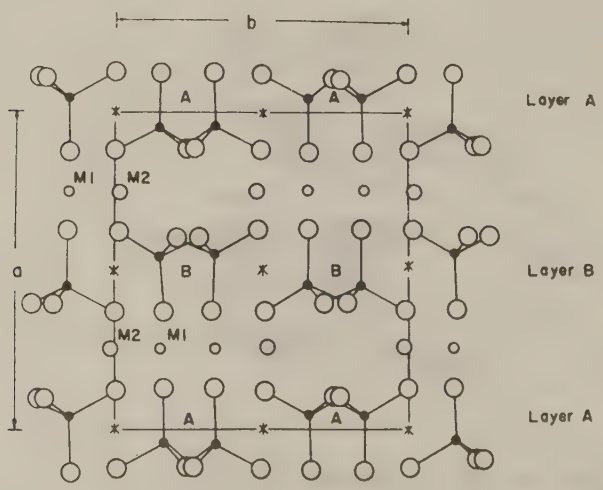


Abb.32: Pigeonitstruktur projeziert auf (001)
(aus Morimoto et al. /35/)

Mit diesen drei Bauelementen lassen sich nun sämtliche Pyroxenstrukturen aufbauen. Während Papike et al. /39/ eindimensional periodische Baueinheiten zum Aufbau verwendeten, benutzt Pannhorst/40/ die zweidimensional periodischen Tetraederschichten zum Strukturaufbau für Pyroxene.

Auf Grund des Strukturschemas wären für Klinopyroxene 16 verschiedene Raumgruppen möglich /41,42/, von denen vier bei natürlichen Pyroxenen gefunden wurden. Die wichtigsten zwei Raumgruppen sind die C 2/c vom Ca-reichen Augit - Typ und die P 2_1/c vom Ca-armen Pigeonit - Typ.

Als erste Pyroxenstruktur wurde von Warren und Bragg /43/ ein Diopsid bestimmt. Unzählige Strukturarbeiten sind danach durchgeführt worden, von denen die Arbeiten von Ito /44/, der für Fe,Mg-reiche Klinopyroxene die Raumgruppe P 2_1/c einführte, von Morimoto /45/ und Bown und Gay /46/, die die unterschiedlichen Raumgruppen P 2_1/c und C 2/c für die Ca-armen bzw. Ca-reichen Pyroxene postulierten und Morimoto et al. /47,38/ die die Struktur von Pigeonit bestimmten und verfeinerten, besonders erwähnenswert sind.

3.3 Strukturelle Eigenschaften des Pigeonit

3.3.1 Domänenstruktur

Bown und Gay /42/ unterteilten die Reflexe (hkl) des Pigeonit in a - Reflexe mit h+k=2n und b - Reflexe mit h+k=2n+1. Während die ersteren in Ca-armen und Ca-reichen Klinopyroxenen auftreten,findet man die letzteren nur in den Ca-armen Pigeoniten. Sie sind von der Intensität deutlich schwächer, was auf eine Pseudo - C-Zentrierung schließen läßt. Außerdem erscheinen die b-Reflexe im Gegensatz zu den a-Reflexen leicht diffus.

Morimoto und Tokonami /48/ untersuchten mehrere terrestrische Pigeonite und schlossen aus der Diffusität der b-Reflexe auf eine Domänenstruktur mit Antiphase, wobei der Verschiebungsvektor $(\vec{a} + \vec{b})/2$ beträgt und die Domänen eine säulenartige Form parallel zu $\vec{c}$ haben. Unter der Voraussetzung einer statistischen Verteilung

der Domänengrenzen wird nach einem von Wilson /49/ beschriebenen mathematischen Ansatz die mittlere Domänengröße gerechnet. Sie schwankt je nach Vorkommen der Pigeonite zwischen 200 und 700 Å. Bestätigt wurden die röntgenographischen Untersuchungen durch elektronenmikroskopische Aufnahmen.

In Abb.33 wird eine Aufnahme von Champness und Lorimer /50/ eines Pigeonits von der Isle of Mull gezeigt. Deutlich ist eine Auslenkung in Richtung der c - Achse zu beobachten. Untersuchungen an lunaren Pigeoniten /51-56/ führten zu ähnlichen Ergebnissen.

Hamil et al. /57/ ermittelten aus dreidimensionalen Intensitätsprofilen von diffusen b-Reflexen eines lunaren Pigeonits (12053) Form, Größe und Orientierung der Antiphasendomänen. Abweichend von den Ergebnissen von Morimoto /48/ erhalten sie als Domänenform ein Ellipsoid, dessen längste Ausdehnung deutlich von der c - Achse abweicht.

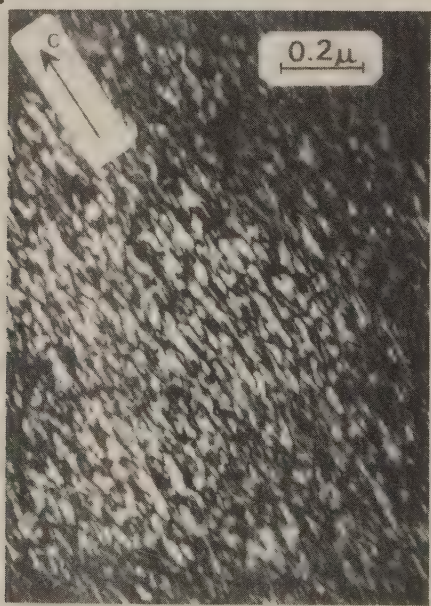


Abb.33: Elektronenmikroskopische Aufnahme eines Pigeonits von der Isle of Mull mit Domänenstruktur (aus Champness und Lorimer /50/)

Die Domänenstruktur wird durch einen Phasenübergang von Hoch - Pigeonit nach Tief - Pigeonit erklärt. Während der Hoch - Pigeonit (C 2/c) nur einen $(SiO_3)_n$ - Kettentyp hat (Abb.34a), besitzt der Tief - Pigeonit (P 2_1/c) zwei Kettenarten (Abb.34b), dargestellt durch $\cup$ und $\cap$ für die A-Kette und $\vee$ bzw. $\wedge$ für die B-Kette, wobei die Symbole $\cup$ und $\cap$ bzw. $\vee$ und $\wedge$ der Symmetrieoperation 2/m entsprechen. Da die $(SiO_3)_n$ - Kette der Hochtemperaturphase beim Phasenübergang zwischen zwei möglichen Kettenanordnungen wählen kann, tritt eine Antiphasenbeziehung mit einem Verschiebungsvektor $(\vec{a}+\vec{b})/2$ zwischen den Domänen der Tieftemperaturphase auf (Abb.34c). Weiterhin vermuteten Morimoto und Tokonami /48/ eine Anreicherung von Ca-Atomen an den Grenzflächen.

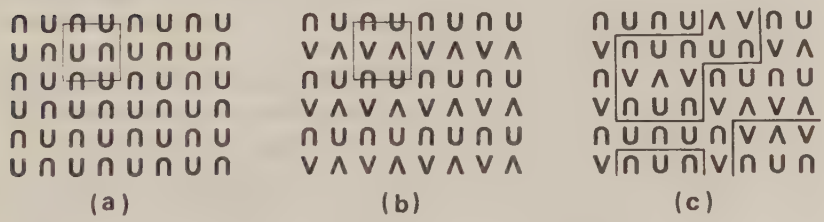


Abb.34: Schematische Projektion der Pigeonitstruktur auf (001)
a) Hoch - Pigeonit (C 2/c)
b) Tief - Pigeonit (P 2_1/c)
c) Domänenstruktur des Tief - Pigeonit
(aus Morimoto /35/)

3.3.2 Lamellare Ausscheidungen

Lamellare Ausscheidungen von Ca-armen und Ca-reichen Pyroxenen werden bei terrestrischen und lunaren Pyroxenen häufig beobachtet. Diese Ausscheidungsphasen geben wichtige Hinweise über die Bildungsbedingungen, wenn die kristallographischen Verhältnisse von der Wirts- und Gastphase geklärt werden können.

Poldervaart und Hess /58/ führten als erste umfassende lichtmikroskopische Untersuchungen von Ausscheidungstexturen an plutonischen Pyroxenen durch. Sie erklärten die von ihnen beobachteten Ausscheidungen als eine Folge von anisotroper Diffusion.

Morimoto /59/ und Morimoto und Tokonami /60/ untersuchten Pigeonite vulkanischer und intrusiver Gesteine. Sie beobachteten zwei ausgeschiedene Augitsysteme parallel zu (100) und (001) des Pigeonit. Sie vermuteten ein gleichzeitiges Ausscheiden der chemisch identischen Augite und erklärten die Gitterkonstantendifferenzen numerisch durch mechanische Spannungen.

Smith /61/ schloss aus seinen Beobachtungen, daß bei hoher Temperatur die Entstehung der (001)-Verwachsungsebene bevorzugt wird, d.h. daß sich bei Abkühlung verschiedene Ausscheidungsphasen mit unterschiedlichem Chemismus ausbilden. Elektronenmikroskopische Aufnahmen /52,62/ scheinen diese Annahme zu bestätigen.

Takeda /63,64/ erkannte aus Röntgenbeugungsaufnahmen das Auftreten von (100)-Augiten in Mg-reichen und Ca-armen Pigeoniten. Jagodzinski und Korekawa /31/ entwickelten eine Theorie für die Röntgenbeugung an lamellaren Systemen mit inkongruenten und kongruenten Verwachsungsebenen.

An dieser Stelle soll die Aufzählung von Arbeiten über lamellare Ausscheidungen in Pyroxenen beendet werden,obwohl eine Vielzahl von Veröffentlichungen hier nicht erwähnt worden sind.

4. Röntgenbeugung an lamellaren Systemen

4.1 Wahl eines geeigneten lamellaren Systems

Lamellare Ausscheidungen werden in vielen Systemen beobachtet (z.B. Legierungen, Silikate). Wegen der geologischen und mineralogischen Bedeutung der Pyroxene, wurde das System Pigeonit/Augit ausgewählt um die Streuphänomene, mit der sich bisher eine Anzahl von elektronenmokroskopischen und röntgenographischen Arbeiten beschäftigt haben,zu untersuchen. Weiterhin soll mit lunaren Proben gearbeitet werden um Entstehungsbedingungen im Unterschied zu terrestrischen Kristallen zu verstehen.

Anfänglich wurde versucht einen Kristall zu finden, der nur das System Pigeonit/Augit mit der Verwachsungsebene (100) zeigt. Dieses System scheidet sehr feinlamellar aus, was für die Untersuchung der kohärenten Streuung mit der damit verbundenen asymmetrischen Intensitätsverteilung vorteilhaft ist. Im Gegensatz dazu sind im allgemeinen Kristalle mit Ausscheidungen nach (001) stark entmischt. Nach Untersuchungen von mehr als 100 Kristallen unterschiedlicher Herkunft (14310,14053,75075) wurde dieses Unterfangen aufgegeben. Die Röntgenbeugungsbilder zeigten unterschiedliches Verhalten in Bezug auf Verzwilligungen, Verwachsungen und Entmischungsgrade. Das gemeinsame Auftreten der beiden Ausscheidungslamellen nach (001) und (100) wurde dagegen bei allen Pyroxenen beobachtet.

Kristalle des Gesteins 14053 erschienen am günstigsten für die weiteren Untersuchungen.

4.2 Beschreibung des lunaren Gesteins 14053

Das Gestein 14053 von der Fra Mauro Formation ist ein ferromanganhaltiger, grobkörniger Basalt mit ophitischer Textur. 14053 hat ein leicht inhomogenes Gefüge und besteht hauptsächlich aus Pyroxen, Plagioklas und etwas Olivin. Außerdem sind noch Spuren von Ilmenit, metallischem Eisen und Christobalit /66,67/ zu finden.

Die Pyroxenkristalle bestehen in der Hauptsache aus Pigeoniten mit einigen Augitlamellen /55/.

Das Gestein wurde gebrochen, gesiebt und gravimetrisch getrennt /68,69/. Mg-reiche Pigeonite mit einer Dichte zwischen 3.54 - 3.32 g/cm^3 und einer Korngröße von 70 - 315 μm wurden unter dem Mikroskop ausgesucht /70/. Die chemische Zusammensetzung von mehr als 30 Pigeoniten wurde von Nakazawa et al. /71/ durch Mikrosondenanalysen bestimmt. Der durchschnittliche Wert ergibt sich zu

Wollastonit 11% ,
Enstatit 60% ,
Ferrosillit 29% .

Von den so bestimmten Kristallen wurden zwei (14053.63.P4'.A03, 14053.63.P4'.A02) für die nachfolgenden Untersuchungen ausgewählt. Im weiteren Verlauf werden für 14053.63.P4'.A03 und 14053.63.P4'.A02 die Abkürzungen K1 und K2 benutzt.

4.3 Beschreibung der Pigeonit/Augit - Phasen

Pigeonitkristalle vom Basalt 14053 zeigen 6 verschiedene Strukturen wobei die Reflexe zweier Paare noch Modulierungen aufweisen. Die Bezeichnungen der einzelnen Phasen werden wie folgt gewählt:

a) Pigeonit/Augit mit der Verwachsungsebene (100): P1, A1
b) Pigeonit/Augit(1) mit der Verwachsungsebene (001): P2, A2
c) Pigeonit/Augit(2) mit der Verwachsungsebene (001): P3, A3

Wie schon von Nakazawa und Hafner /70,71/ zum Teil berichtet, lassen sich die Orientierungsverhältnisse folgendermaßen angeben:

(1) Die a*-Achsen liegen exakt parallel.
(2) Die c*-Achsen von P2 und A2, sowie P3 und A3 liegen parallel.
(3) Alle Phasen haben eine gemeinsame b-Achse.
(4) P1 - A1, P2 - A2 und P3 - A3 zeigen gerade Verbindungslinien.
(5) P1 - P3 und A1 - A3 zeigen gekrümmte Verbindungslinien.
(6) P2 - A2 und P3 - A3 Reflexe zeigen modulierte Strukturen (Abb.35).

Eine Diskussion dieser Beobachtungen wird in Kapitel 5 gegeben.

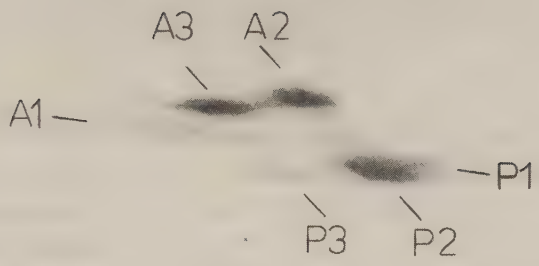


Abb.35: (004)-Reflex einer vergrößerten (h0l) - Weißenbergaufnahme des Kristalls K1, CuK -Strahlung

4.4 Gitterkonstantenbestimmung

Die Gitterkonstanten der P2- und A2-Phasen des Kristalls K1 wurden mit Hilfe eines automatischen Einkristalldiffraktometers bestimmt. 25 Reflexe wurden für die Bestimmung der Gitterkonstanten von P2 vorwiegend aus der Gruppe (hkl) mit h+l=2n+1 ausgesucht und deren zugeordnete Winkel ϑ, φ, χ und ω in mehereren Zyklen verfeinert. Ebenso wurde die Metrik von A2 bestimmt, wobei hier Reflexe (hkl) mit h+k=2n gewählt wurden.

Als Röntgenstrahlung wurde CuK_α genommen,um eine gute Trennung der Phasen zu gewährleisten. Damit konnte eine hinreichende Genauigkeit erzielt werden. Schwieriger gestaltete sich die Bestimmung der P1/A1 - Gitterkonstanten. Da die Auflösung des Diffraktometers einerseits nicht groß genug war, andererseits die Intensitäten sehr schwach sind,mußten hochauflösende und stark belichtete Weißenberg-

aufnahmen herangezogen werden. Um die Meßfehler möglichst klein zu halten, wurden die Differenzen $\Delta\vartheta$ und $\Delta\omega$ von P1 zu P2 und A1 zu A2 mit Hilfe eines Photometers gemessen und daraus über eine least-square Rechnung die Gitterkonstanten bestimmt. In Tab.2 werden die Ergebnisse zusammen mit denen von Nakazawa und Hafner /70/ aufgeführt, wobei bei letzteren die aus 8 Kristallen gemittelten Werte genommen wurden.

Tab.2: Gitterkonstanten der einzelnen Phasen eines Pigeonits aus dem Gestein 14053.63

Phase		K1	K2	Nakazawa /70/
P1	a_o	9.66(1)	9.64(2)	9.64(1)
	b_o	-	-	8.89(1)
	c_o	5.23(1)	-	5.23(1)
	β_o	108.68(5)	108.6(2)	108.7(1)
P2	a_o	9.681(3)	-	9.68(1)
	b_o	8.898(2)	-	8.89(1)
	c_o	5.214(2)	-	5.20(1)
	β_o	108.68(3)	-	108.6(1)
A1	a_o	9.76(1)	9.71(2)	9.74(1)
	b_o	-	-	8.89(1)
	c_o	5.23(1)	-	5.21(1)
	β_o	105.72(5)	105.8(2)	105.8(1)
A2	a_o	9.669(2)	-	9.66(1)
	b_o	8.898(2)	-	8.89(1)
	c_o	5.273(2)	-	5.26(1)
	β_o	105.98(2)	-	106.0(1)

- nicht bestimmt

4.5 Strukturverfeinerung des Kristalls K1

Da für den weiteren Verlauf Größe und Phase der Strukturfaktoren von Wichtigkeit sind, wurde eine Verfeinerung der Struktur des Kristalls K1 gerechnet. Außerdem sollen die Ergebnisse mit einigen in der Literatur erschienen verglichen werden um etwaige Ergänzungen bzw. Bestätigungen zu erzielen.

4.5.1 Experimentelle Daten

Für die Strukturanalyse wurde ein bräunlicher Kristall mit den Dimensionen 0.18 x 0.14 x 0.08 mm^3 ausgewählt. Der hier untersuchte Kristall wurde von Prof. Hafner zur Verfügung gestellt. Mikrosondenuntersuchungen der 14053 - Kristalle ergaben als durchschnittliche Zusammensetzung $(Ca_{0.11},Mg_{0.6},Fe_{0.29})\ SiO_3$.

Die Pigeonitreflexe der Phasen P1 und P2 lassen sich auf dem Einkristalldiffraktometer nicht mehr auflösen. Wegen des geringen Volumenanteils von P1 (P1/P2 $<$0.1) wird die Strukturaussage sich im wesentlichen auf P2 beschränken, obwohl wegen der zu vermutenden ähnlichen chemischen Zusammensetzung die Struktur auch auf P1 bezogen werden kann. Die Reflexe der Augit-Lamelle A1 lassen sich wegen ihrer geringen Intensität und ihrer großen Diffusität nicht mehr erfassen. Anders liegen die Verhältnisse bei der Augit-Lamelle A2. Die Reflexe sind hier fast von gleicher Schärfe und Intensität wie die von P2. Benutzt man als Röntgenstrahlung CuK_α, so ist es möglich die A2 - Reflexe von P1 und P2 zu trennen und deren Intensitätsdaten zu erfassen.

Wegen der beträchtlichen Fe-Gehalte der Augit/Pigeonit - Phasen muß notwendigerweise bei CuK_α - Strahlung eine Absorptionskorrektur durchgeführt werden. Da die Begrenzungsflächen des Kristalls nicht bestimmbar sind, führt aber diese Korrektur zu erheblichen Schwierigkeiten. Durch folgende Meßstrategien lassen sich Aussagen über die Güte der angewandten Korrekturen machen. Neben den zu vermessenden Reflexen werden die entsprechenden Friedel - Reflexe

gemessen. Bei der Auswertung wird ein vorläufiger R-Wert (R_v) der äquivalenten Reflexe gebildet, der über die Qualität der Messung und der Absorptionskorrektur Auskunft gibt. Dieser R_v-Wert kann als Minimalgrenze der Verfeinerung angesehen werden. Rechnungen von mit CuK_α - Strahlung gewonnenen Daten ohne Berücksichtigung der Absorptionsfehler führten zu R_v=0.1. Modellmäßige Beschreibungen der Kristallflächen gaben keine wesentliche Verbesserung. Ein Versuch eine Verfeinerung ohne Absorptionskorrektur zu rechnen, führte bei der least-square Methode zu singulären Determinanten.

Aus diesem Grund wurden im weiteren Verlauf Intensitätsdaten auf einem vierkreisigen automatischen Einkristalldiffraktometer CAD4 der Firma Enraf-Nonius mit MoK_α - Strahlung und Graphit - Monochromator gewonnen. A2/P2 - Reflexe ließen sich nur noch schwer auflösen, so daß auf eine Messung der A2-Lamelle verzichtet werden mußte. Aus einer Halbkugel wurden mit einer 2ϑ-Begrenzung von 50 Grad 3893 P2-Reflexe gemessen. Eine Kristallorientierungsüberprüfung wurde nach je 100 gemessenen Reflexen und eine Intensitätsüberprüfung nach 60 Minuten reiner Meßzeit durchgeführt. Die Datensätze wurden auf Untergrund, unterschiedliche Meßzeit, Lorentz- und Polarisationsfaktor korrigiert. Auf eine Absorptionskorrektur (μ=31.2 cm^{-1}) konnte in diesem Fall verzichtet werden. Der vorläufige R_v-Wert betrug R_v=0.015, was auf keinen Absorptionseinfluß hinwies. Eine anomale Dispersionskorrektur wurde durchgeführt. Nach Unterdrückung der Reflexe mit $|F_o|$=0 ergeben sich 1684 nichtäquivalente gemessene Werte.

4.5.2 Verfeinerung

Für die Strukturverfeinerung wurde das Programm SHELX /72/ verwendet. Als Startparameter für die Verfeinerung wurden die Werte von Berking und Jagodzinski /73/ eines lunaren Pigeonits aus dem Gestein 14310 genommen. Es wurden einerseits die gesamten Daten, andererseits nur Reflexe mit h+k=2n+1 zur Verfeinerung herangezogen. Die ersten Zyklen wurden mit fixierter chemischer Zusammensetzung gerechnet, dann der Ca-Gehalt fixiert und anschließend Mg und Fe auf

M2 festgehalten und Ca freigelassen. Eine Verfeinerung mit anisotropen Temperaturfaktoren der b-Reflexe führt zu einer Verbesserung des RG-Wertes auf 0.024. Die Standardabweichungen werden dagegen erheblich größer.

In Tab.3 sind die Atomparameter, die isotropen Temperaturfaktoren und die R- bzw. RG-Werte der Verfeinerungen mit allen Intensitätswerten, sowie mit den Daten der b-Reflexe aufgeführt. Daneben werden die Strukturdaten von weiteren zwei lunaren Pigeoniten aus den Gesteinen 14310 /72/ und 10003 /54/ zum Vergleich aufgelistet, wobei der ungewichtete R-Wert (R) und der gewichtete (RG) folgendermaßen definiert ist

$$R = \frac{\sum \left| |F_o| - |F_c| \right|}{\sum |F_o|} ,$$

$$RG = \sqrt{\frac{\sum w(|F_o| - |F_c|)^2}{\sum w |F_o|}}$$

mit F_o = beobachteter Strukturfaktor,
F_c = berechneter Strukturfaktor,
$w = 1/\delta^2$, δ = statistischer Fehler der Messung.

In Tab.4 sind die Bindungsabstände und Koordinationslängen der Verfeinerung dargestellt. Im Anhang B befindet sich ein Verzeichnis der beobachteten und berechneten Strukturfaktoren der b-Reflexe.

4.5.3 Diskussion der ermittelten Struktur

Bedingt durch den starken Einfluß der (001)-Augitlamelle auf die Pigeonitstruktur ist es nur möglich b-Reflexe zur Verfeinerung zuzulassen. Die Verbesserung des RG-Wertes von 0.071 (a und b-Reflexe) auf 0.024 (b-Reflexe) bestätigt diese Annahme, obwohl die b-Reflexe wesentlich schwächere Intensitäten haben, was in der Regel zu höheren RG-Werten führt. Ein weiteres Indiz ist die große Abweichung der Atomkoordinaten z von beiden Verfeinerungen.

Ein Vergleich der Atomparameter (Tab.3) der lunaren Pigeonite 14310, 10003 (b-Reflexe) und 14053 (b-Reflexe) zeigt eine zufrieden-

Tab.3: Atomparameter, isotrope Temperaturfaktoren und ihre Standardabweichungen (in Klammern), sowie die R- und RG-Werte

Parameter		Berking/72/	Clark/54/ a+b	Clark/54/ b	Peterat a+b	Peterat b
M1	x	0.2507(3)	0.2503(3)	0.2506(2)	0.2501(2)	0.2507(1)
	y	0.6541(3)	0.6538(3)	0.6548(6)	0.6529(2)	0.6547(16)
	z	0.2213(5)	0.2283(6)	0.2300(4)	0.2271(4)	0.2234(2)
	B	0.55(7)	0.67(7)	0.55(6)		0.26(6)
M2	x	0.2575(4)	0.2560(3)	0.2564(1)	0.2564(1)	0.2575(1)
	y	0.0174(4)	0.0187(2)	0.0167(3)	0.0181(1)	0.0172(4)
	z	0.2199(8)	0.2269(4)	0.2246(4)	0.2245(3)	0.2214(2)
	B	0.71(5)	1.11(4)	0.51(3)		0.53(2)
SiA	x	0.0430(1)	0.0431(3)	0.0434(2)	0.0436(2)	0.0428(7)
	y	0.3408(2)	0.3408(4)	0.3399(4)	0.3414(2)	0.3401(6)
	z	0.2893(3)	0.2794(5)	0.2844(5)	0.2827(4)	0.2863(9)
	B	0.43(2)	0.74(4)	0.40(4)		0.40(2)
SiB	x	0.5525(2)	0.5508(3)	0.5520(2)	0.5510(2)	0.5517(7)
	y	0.8369(2)	0.8377(3)	0.8364(4)	0.8377(2)	0.8365(6)
	z	0.2308(3)	0.2367(5)	0.2368(5)	0.2347(3)	0.2332(9)
	B	0.41(2)	0.52(4)	0.34(4)		0.39(2)
O1A	x	0.8664(4)	0.8678(7)	0.8684(7)	0.8682(5)	0.8682(22)
	y	0.3385(5)	0.3377(9)	0.3373(10)	0.3380(5)	0.3365(23)
	z	0.1797(7)	0.1708(14)	0.1740(12)	0.1745(9)	0.1805(29)
	B	0.57(4)	0.72(10)	0.57(11)		0.56(6)
O2A	x	0.1214(4)	0.1216(8)	0.1231(8)	0.1220(5)	0.1232(16)
	y	0.5014(5)	0.4991(9)	0.4977(10)	0.4980(5)	0.5016(17)
	z	0.3240(8)	0.3286(15)	0.3312(13)	0.3289(9)	0.3316(23)
	B	0.62(4)	0.90(10)	0.78(13)		0.63(6)
O3A	x	0.1056(4)	0.1039(10)	0.1048(6)	0.1045(5)	0.1046(2)
	y	0.2729(5)	0.2659(10)	0.2683(6)	0.2684(5)	0.2717(2)
	z	0.6009(8)	0.5852(18)	0.5917(9)	0.5888(11)	0.5970(4)
	B	0.80(5)	1.62(14)	1.12(9)		0.71(4)
O1B	x	0.3749(4)	0.3739(8)	0.3755(7)	0.3745(5)	0.3763(22)
	y	0.8383(5)	0.8362(9)	0.8357(9)	0.8356(5)	0.8349(23)
	z	0.1252(8)	0.1332(14)	0.1296(12)	0.1315(9)	0.1310(29)
	B	0.64(4)	0.75(10)	0.43(11)		0.60(6)
O2B	x	0.6330(4)	0.6307(9)	0.6314(7)	0.6312(5)	0.6321(16)
	y	0.9848(5)	0.9875(9)	0.9850(9)	0.9846(5)	0.9868(17)
	z	0.3853(8)	0.3771(15)	0.3814(12)	0.3774(9)	0.3846(24)
	B	0.64(4)	1.12(12)	0.59(12)		0.62(5)
O3B	x	0.6057(4)	0.6041(8)	0.6045(5)	0.6049(5)	0.6055(2)
	y	0.6985(5)	0.7079(9)	0.7047(6)	0.7044(5)	0.7005(2)
	z	0.4616(8)	0.4752(15)	0.4707(9)	0.4705(9)	0.4664(4)
	B	0.77(5)	1.04(11)	1.05(9)		0.74(5)
R		0.058	0.077	0.039	0.0	0.062
RG			0.053	0.028	0.071	0.024
M1	Mg	0.89(1)	0.78(1)	0.67(9)	0.86(1)	0.91(4)
	Fe	0.10	0.15	0.33	0.14	0.09
M2	Ca	0.15	0.16	-	0.20(1)	0.19(2)
	Mg	0.49(1)	0.27	0.41	0.32(1)	0.35(2)
	Fe	0.34	0.57	0.59	0.48	0.46

stellende Übereinstimmung, während diese mit den Atomkoordinaten von dem irdischen Mull-Pigeonit /38/ stark abweichen.

In der vorliegenden Messung stimmen die Temperaturfaktoren der vergleichbaren Atome SiA - SiB, O1A - O1B, O2A - O2B und O3A - O3B gut überein.

Die wichtigsten Bindungslängen und Koordinationsabstände werden in Tab.4 dargestellt. Das Koordinationspolyeder um M1 unterscheidet sich kaum von den bisher besprochenen Strukturen, da M1 in allen Pigeoniten überwiegend von Mg besetzt wird. Ebenfalls sind die Si - O Bindungslängen aller Strukturen ähnlich. Auf Grund der verschiedenen chemischen Zusammensetzungen unterscheiden sich die Koordinationspolyeder um M2 mehr oder weniger stark. Das Oktaeder um M1 weicht nur geringfügig von einem idealen Oktaeder ab, während die O - M2 - O - Winkel des M2 - Polyeders bis zu 30° vom idealen Oktaeder abweichen.

Während Morimoto et al. /38/ bei dem M2 - Polyeder eine 7 - Koordination einführt, erscheint es doch wegen des großen M2 - O3B' - Abstandes (3. 065 Å) sinnvoller von einer 6 - Koordination zu sprechen. Ein weiterer Hinweis hierfür ist auch die gute Übereinstimmung des isotropen Temperaturfaktors von M2 mit Mg/Fe -Pyroxenen mit 6 - Koordination /73,74,75/.

Eine weitaus detailliertere Strukturbeschreibung eines lunaren Pigeonits findet man bei Clark et al. /54/. Die in der hier beschriebenen Arbeit gewonnenen Ergebnisse bestätigen Clark's Untersuchungen.

Tab.4: Bindungslängen und Koordinationsabstände

SiA - Tetraeder	
SiA-O1A	1.614(3)
-O2A	1.592(3)
-O3A	1.650(2)
-O3A'	1.643(2)
Mittel	1.625

SiB - Tetraeder	
SiB-O1B	1.621(3)
-O2B	1.595(3)
-O3B	1.674(2)
-O3B'	1.666(2)
Mittel	1.639

M1 - Kation	
M1-O1A	2.032(6)
-O1A'	2.155(6)
-O1B	2.174(6)
-O1B'	2.066(6)
-O2A	2.039(6)
-O2B	2.067(6)
Mittel	2.088
M1-O3B'	3.280(2)

M2 - Kation	
M2-O1A	2.159(4)
-O1B	2.109(4)
-O2A	2.040(4)
-O2B	2.000(4)
-O3A	2.352(4)
-O3B	2.490(4)
Mittel	2.191
M2-O3B'	3.065(2)

4.6 Quantitative Messungen der Lamellendicken

Die Bestimmung der Dicken der Pigeonit/Augitlamellen führt, wie im Abschnitt 2.6.2.3 ausführlich diskutiert wurde, über die Berechnung der Nachfolgewahrscheinlichkeiten α_1 und α_2. Diese wiederum lassen sich aus den Eigenwerten λ_1 und λ_2 ermitteln.

Das Problem läuft also darauf hinaus Intensitätsprofile der zugehörigen Pigeonit/Augit-Reflexe und deren kohärente Streuanteile zu vermessen, wobei bei dem Kristall K1 die

a) P1 - A1 - Strukturen und

b) P2 - A2 - Strukturen

und bei dem Kristall K2 die

a) P1 - A1 - Strukturen

untersucht werden.

4.6.1 Experimentelle Untersuchungsmethoden am Kristall K1

Wegen der geringen Intensität der A1 - Reflexe und der benötigten hohen Auflösung zur Trennung der einzelnen Phasen konnten Profilmessungen am automatischen Einkristalldiffraktometer nicht durchgeführt werden. Ein automatisches Zweikreis-Weißenbergdiffraktometer mit streng monochromatischer Strahlung stand zu dem Zeitpunkt dieser Untersuchungen nicht zur Verfügung. Aus diesem Grund wurden hochauflösende, streng monochromatische Weißenbergaufnahmen angefertigt.

4.6.1.1 Strahlungsquelle und Monochromator

Als Röntgenstrahlungsquelle wurde eine Cu-Drehanode mit 4.5 kW (4.5 kV, 100 mA) benutzt. Da die zugehörigen Pigeonit/Augit - Reflexe im reziproken Raum nahe beieinander liegen, kann auf eine Absorptionskorrektur verzichtet werden. Um die Wellenlängendispersion gering zu halten wurde ein gebogener nach dem Johansson-Prinzip hergestellter Germanium - Monochromator verwendet. Die

gute Wellenlängenauflösung ermöglichte eine völlige Trennung der CuK_{α_1} - Linie von CuK_{α_2}. Außerdem lassen sich $\lambda/2$ Reflexe vermeiden. Ein weiterer Vorteil liegt in dem optimalen Peak/Untergrund - Verhältnis, welches bei der Vermessung von schwachen diffusen Reflexen eine besondere Rolle spielt.

4.6.1.2 Bestimmung der Divergenzen $\varepsilon_{\parallel}$ und $\varepsilon_{\perp}$

In der Regel müssen die vermessenen Intensitätsprofile von apparativen Verbreiterungen entfaltet werden. Bei der Bestimmung der Halbwertsbreite von Reflexen in Pulverpräparaten geschieht das über Messungen von Eichsubstanzen. Dies ist bei Einkristallmethoden nicht ohne weiteres möglich, da die Form der Kristalle einen grossen Einfluß auf das Peakprofil hat. Dies kann nur durch Benutzung von kugelförmigen oder zylinderähnlichen Kristallen umgangen werden. Auf Grund der Kleinheit der Kristalle war eine Herstellung solcher Kristallformen nicht möglich.

Eine andere Möglichkeit besteht in der optimalen Anwendung der Fokussierungseigenschaften in der Fokussierungsebene und senkrecht dazu. Die Fokussierungsebene wird durch den Röhrenfokus, Monochromatorkristall und den Probendetektor definiert. Die Achse des Monochromators steht senkrecht zur Drehachse der Probe. Sei $\varepsilon_{\parallel}$ der Öffnungswinkel senkrecht zur Fokussierunsebene, so läßt sich dieser durch Einführung einer Blende B begrenzen (Abb.36).

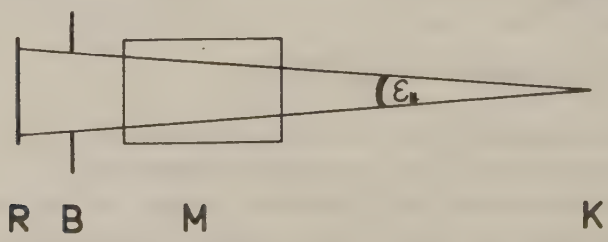


Abb.36: Fokussierungsbedingung senkrecht zur Fokussierungsebene bei Anwendung von gebogenen Monochromatoren.
R : Röntgenfokus, B : Blende, M : Monochromator, K : Kristall

In der vorliegenden Arbeit wurden 1mm, 0.5mm und 0.3mm breite Spaltplättchen in die 2° - Aperturblende des Monochromatorblocks eingesetzt. Abb.37 zeigt Photometerkurven der Pigeonit/Augit - Reflexe $(\bar{2}0\bar{2})$ von K^{1} bei Benutzung der 1mm und 0.3mm breiten Divergenzblenden, die bei der hier benutzten Geometrie einem Öffnungswinkel von 13' bzw. 4' entsprechen. Die Halbwertsbreiten werden um ca. 25% kleiner. Damit verbunden ist ein großer Intensitätsverlust, der eine weitere Verkleinerung des Öffnungswinkels ausschließt.

Der parallel zur Fokussierungsebene liegende Divergenzwinkel $\varepsilon_{\perp}$ wird durch eine Fokussierung auf dem Film am kleinsten(Abb.38). Bei Erstellung von Weißenbergaufnahmen höherer Schichten ist die Fokussierungsbedingung nur auf einer horizontalen Geraden erfüllt, während sie in Abhängigkeit von der Größe des Inklinationswinkels μ und des Abstandes von dieser Geraden vom Optimum abweicht und die Reflexe entsprechend unschärfer werden. Eine gleichmäßige Verbreiterung der Reflexe erreicht man durch Anwendung des Normalstrahl-Verfahrens.

Obwohl es mit der Äquiinklinationsmethode prinzipiell möglich ist jeden Reflex auf dem Film zu fokussieren, wurde davon aus Zeitgründen Abstand genommen. Da der Inklinationswinkel μ ($\mu = 5^{\circ}$ für (h11), $\mu = 10^{\circ}$ für (h21) usw.) relativ klein ist, sind die zu erwartenden Verbreiterungen im Normalstrahl - Verfahren bis zur 3. Schicht vernachlässigbar.

Eine andere Möglichkeit $\varepsilon_{\perp}$ möglichst klein zu machen, besteht durch Zuziehen der Mittelblende B' (Abb.38) des Monochromators, dies hat einerseits den Vorteil, daß die Reflexe höherer Schichten scharf bleiben, andererseits den Nachteil großer Intensitätsverluste. Ein Vergleich beider Methoden zeigt, daß bedingt durch den kleinen Inklinationswinkel μ ($\mu \approx 15^{\circ}$ für 3.Schicht), kein Unterschied in der Halbwertsbreite der Reflexe festzustellen war, so daß auf Grund der besseren Intensitätsausbeute die auf dem Film fokussierende Methode vorteilhaft war. Abb.39 zeigt das Schwärzungsprofil eines Reflexes bei Fokussierung auf dem Film(Abb.39a) und Fokussierung auf dem Kristall (Abb.39b). Bei Fokussierung auf dem Film beträgt $\varepsilon_{\perp} \approx 10'$.

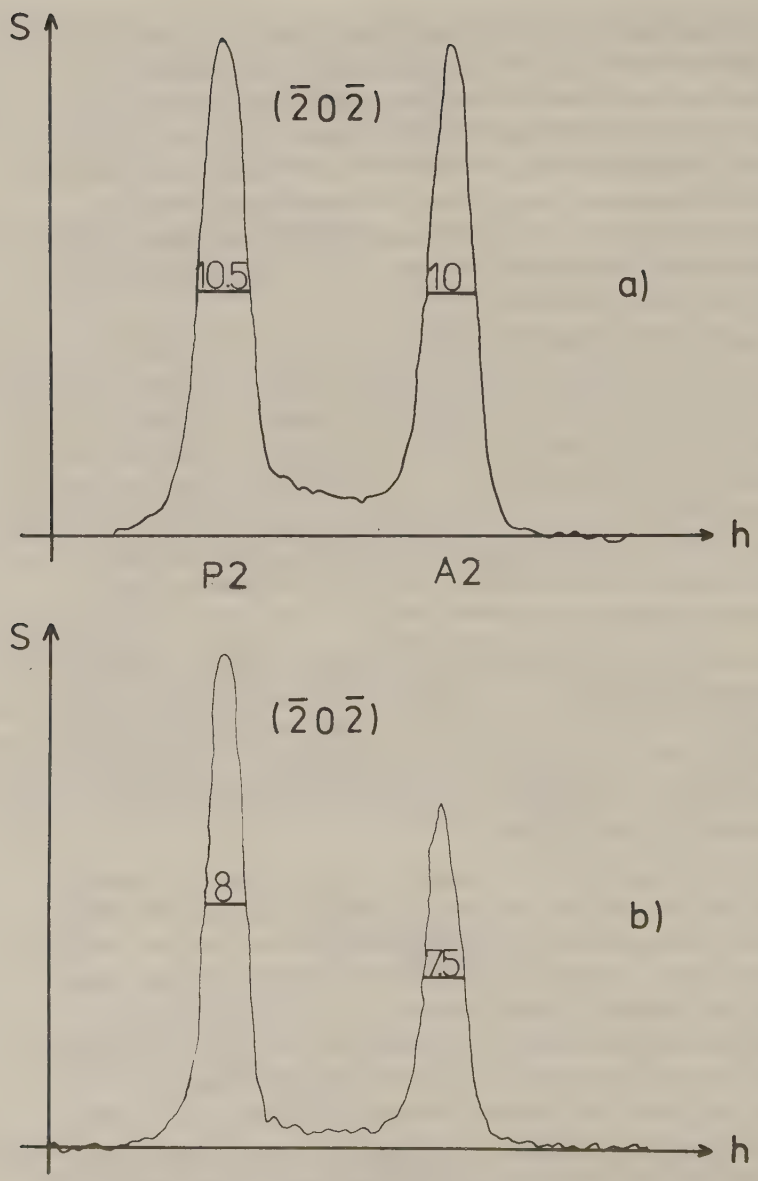


Abb.37: Schwärzungsprofile der Pigeonit/Augit - Reflexe $(\bar{2}0\bar{2})$ des Kristalls K1 bei

a) Benutzung der 1mm (=13') Divergenzblende,

b) Benutzung der 0.3mm (=4') Divergenzblende.

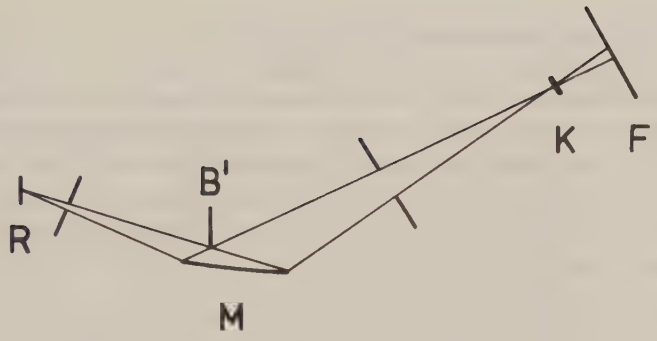


Abb.38: Fokussierunsbedingung parallel zur Fokussierungsebene bei Anwendung von gebogenen Monochromatoren
B' : Mittelblende, F : Film

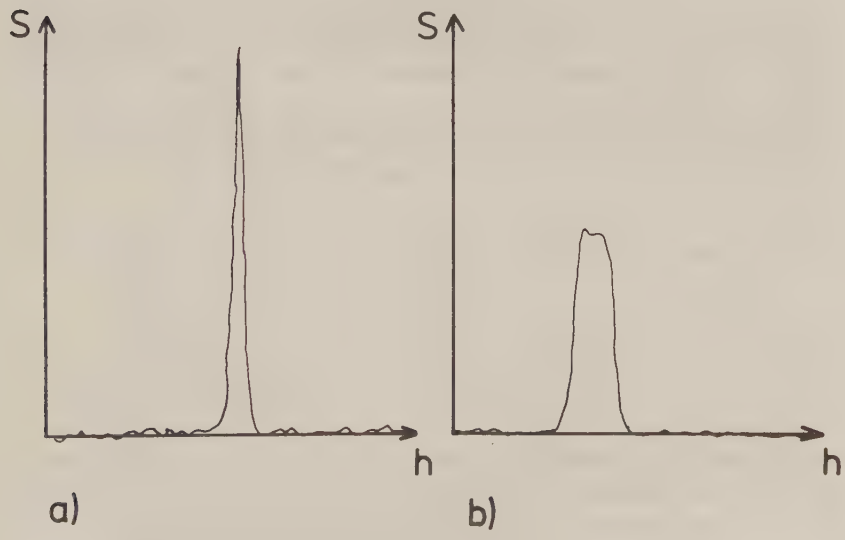


Abb.39: Schwärzungsprofile eines Pigeonitreflexes des Kristalls K1 bei
a) Fokussierung auf Film und
b) Fokussierung auf Kristall.

4.6.1.3 Die Weißenberg-Methode

Für die Justierung der Kristalle wurden nach den üblichen Einkristallverfahren Laue- , Schwenk- und Präzessionsaufnahmen verwendet, zur Auswertung der Intensitätsprofile Weißenbergaufnahmen. Neben der oben beschriebenen Optimierung der Divergenzbedingungen, wurden Versuche mit doppeltem Filmkammerradius durchgeführt. Es ergaben sich keine beobachtbaren Verbesserungen.

Da die Schwärzungen mit einem automatischen Photometer mit begrenzter Auflösung registriert wurden, erwies es sich in einigen Fällen günstiger das übliche Drehungs- Vorschubverhältnis von 2:1 auf 1:1 bzw. 1/2:1 zu ändern. Dadurch lassen sich die Anzahl der Meßpunkte in ω-Richtung verdoppeln bis vervierfachen. Höhere Schichten wurden nach dem Normalstrahl- oder dem Äquiinklinationsverfahren aufgenommen.

Um Überbelichtungseffekte zu vermeiden, wurden zwei Filme in die Filmkamera gelegt. Zu stark belichtete Reflexe auf dem ersten Film können mit dieser multiplen Filmmethode auf dem zweiten Film noch in den linearen Schwärzungsbereich fallen. Eine Unschärfe der Reflexe auf dem zweiten Film wurde wegen der geringen Abweichung (0.5mm) von der optimalen Fokussierung nicht beobachtet.

Abb. 40 zeigt einen Ausschnitt einer (h01)-Weißenbergaufnahme mit einem Drehungs- Vorschubverhältnis von 1:1.

4.6.2 Experimentelle Untersuchungsmethoden am Kristall K2

Der Kristall K2 stammt ebenfalls wie K1 aus dem lunaren Gestein 14053.63. Im Gegensatz zu K1 sind die Augit-Reflexe der P1-A1-Phase einerseits wesentlich intensitätsstärker, was auf eine fortgeschrittene Entmischung hindeutet, andererseits lassen sich die P1-P2-Reflexe in den meisten Fällen separieren (Abb.41).

Von diesem Kristall wurden nur Standardweißenbergaufnahmen gemacht, d.h. es wurde CuK_{α} - Strahlung mit Ni-Filter und ein kreisförmiger Kollimator (Ø 0.5mm) benutzt. Die Datenreduktion und

und Auswertung war dem vom Kristall K1 entsprechend. Diese Untersuchungen an K2 dienten zur schnellen, halbquantitativen Bestimmung von Lamellendicken und Strukturfaktoren und sollte Auskunft geben über die Streubereiche der Messungen im Vergleich zu K1.

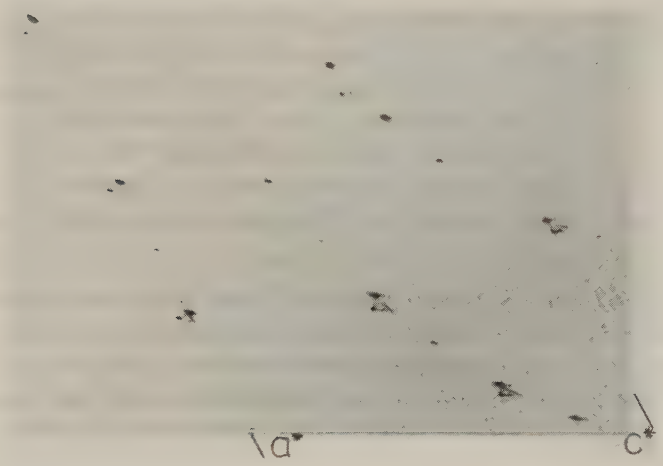


Abb.40: Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme, (h0l), CuK_{α}, des Kristalls K1, Drehungs- Vorschubverhältnis 2:1

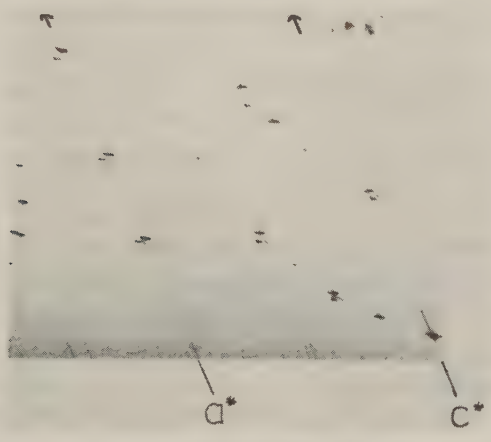


Abb.41: Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme, (h0l), CuK_{α} des Kristalls K2, Drehungs- Vorschubverhältnis 2:1

4.6.3 Datenreduktion und -auswertung

Die Auswertung der Röntgenfilme wurde zweidimensional on-line mit einem Densitometer der Firma Joyce-Loebel durchgeführt, das über Camac-Einschub von einem Rechner PDP 11/40 der Firma DEC gesteuert wird. Für die zweidimensionale Integration wurde ein von Penzkofer /76/ entwickeltes Meßprogramm benutzt. Dabei werden die zu messenden Bereiche auf dem Film in aneinanderliegende Teilbereiche von 0.1 x 0.05 mm^2 zerlegt. Die so erhaltenen Schwärzungen werden über einen Eichkeil in Intensitäten umgerechnet. Da für jede Aufnahme ein separater Schwärzungseichkeil angefertigt wurde, konnten Entwicklungs- und Fixierungseinflüsse eliminiert werden.

Mit Hilfe eines Auswerteprogramms wurde eine Lorentz- Polarisationskorrektur durchgeführt. Der Untergrund des unbelichteten Films wurde ermittelt und korrigiert. Danach wurde aus dem zweidimensionalen Intensitätsdatenfeld ein eindimensionales Reflexprofil ermittelt und gezeichnet. Diesem Intensitätsprofil werden nun nacheinander Gauß-, Lorentz-und nach der eindimensionalen Jagodzinski'schen Fehlordnungstheorie berechnete Kurven mit Hilfe eines auf der Methode der kleinsten Quadrate beruhenden Fitprogramms angepaßt. Als Beurteilungsgröße für die Güte des Fits wird der Zwang Z betrachtet, der folgendermaßen definiert ist

$$Z = \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{F(i) - F}{F(i)} \right)^2 ,$$

wobei F(i) = beobachtete Werte und F berechnete Werte sind.

In einigen Fällen werden die beobachteten Profile, speziell der P1-Reflexe durch Gaußkurven besser angepaßt, trotz beobachtbarer Diffusität. Dies kann in der Regel durch eine Überbelichtung des wesentlich intensitätsstärkeren Pigeonit-Reflexes erklärt werden. Reflexe dieser Art werden zur Ermittlung der Lamellenschichtdicken nicht berücksichtigt. Wie auf Abb.35 und 41 zu erkennen ist, kreuzen die P2 - A2 Reflexe die der P1-A1. Soweit möglich

wurde versucht den störenden Intensitätsanteil durch Anpassung an Lorentz- bzw. Gaußkurven zu eliminieren.

Eine weitere Schwierigkeit tritt auf bei der Zuordnung der willkürlich durch die Photometrierung festgelegten Skalierungseinheiten in Einheiten des reziproken Gitters in Fehlordnungsrichtung. Zwei Möglichkeiten bieten sich an den Phasenwinkel φ zu bestimmen. Im ersten Fall kann aus den Gitterkonstanten der beiden Phasen nach Abschnitt 2.6.2.3.1 φ berechnet werden.

$$\varphi = \Delta_1 \cdot h + \Delta_2 \cdot k + \Delta_3 \cdot l \quad ,$$

wobei $\Delta_1 = \Delta a^*/a^*$, $\Delta_2 = \Delta b^*/b^*$, $\Delta_3 = \Delta c^*/c^*$ ist.

An dieser Stelle soll noch daraufhingewiesen werden, daß die o.g. Methode zu Bestimmung der Gitterkonstanten beider Phasen im Auffinden von drei voneinander unabhängigen Reflexen mit $\varphi = 0$ liegt. In diesem Fall wäre eine Verfälschung der Gitterkonstanten bedingt durch die Verlagerung des Reflexschwerpunktes durch den Asymmetrieterm K_j ausgeschlossen, da bei $\varphi = 0$ K_j ebenfalls null wäre. Es wurden mit einem Rechenprogramm bei Angabe der ungefähren Gittermetrik diejenigen Reflexpositionen in den reziproken Gittern bei Verwendung von MoK_α - und CuK_α -Strahlung berechnet bei denen φ gegen null geht. Es ergaben sich keine drei auswertbaren Reflexe, sodaß auf die im Abschnitt 4.4 beschriebene Bestimmungsmethode zurückgegriffen wurde.

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung von φ liegt darin den Phasenwinkel aus den Weißenbergaufnahmen auszumessen. Dabei werden zwei benachbarte Pigeonitreflexe mit dem entsprechenden Augitreflex photometriert und die Reflexlagen mit einem Fitprogramm bestimmt. Aus dem Verhältnis der Abstände der Reflexe von Pigeonit - Augit und Pigeonit - Pigeonit läßt sich dann φ berechnen. Im Anhang C wird dies an Hand eines Beispiels ausgeführt. Der Nachteil dieser Methode besteht darin, daß der Pigeonit - Augit Reflexabstand auf die Gitterkonstanten von Pigeonit bezogen werden muß, anstatt auf die gemittelte Metrik. Weiterhin wird hierbei vorausgesetzt, daß der Abstand zwischen zwei Reflexen sich äquidistant

unterteilen läßt, was bei Weißenbergaufnahmen nicht streng erfüllt ist. Außerdem wird die Krümmung der Weißenbergkurven nicht berücksichtigt. Trotz all dieser Näherungen scheint diese Methode zur Bestimmung des Phasenwinkels φ wesentlich genauer zu sein, als die Ermittlung aus den Gitterkonstanten, da diese im Fall der P1 / A1 - (100)-Lamelle nur sehr ungenau zu bestimmen sind. Die beiden Methoden führen bei der (100)-Lamelle zu deutlich unterschiedlichen φ-Winkeln. Bei der (001)-Lamelle dagegen, bei denen die Gitterkonstanten der beiden Phasen sehr genau bestimmt werden konnten, ergaben beide Bestimmungsmethoden weitgehende Übereinstimmung. Mit den φ-Werten wurden anschließend die willkürlichen Skalierungseinheiten der Plotroutinen des Fitprogramms in Einheiten des reziproken Gitters umgerechnet.

Im Anhang C werden Beispiele über den Gang der Auswertung von Reflexgruppen für die (100)- und (001)-Lamelle des Kristalls K1, sowie einer Reflexgruppe der (100)-Lamelle im Kristall K2 gezeigt.

In den Tabellen 5,6 und 7 sind die Ergebnisse der Messungen an den Kristallen K1 und K2 für die (100)- und (001) - Lamellensysteme wiedergegeben. Für die jeweiligen Reflexgruppen werden die Beträge der Eigenwerte der Pigeonit- und Augitphase, sowie deren komplexe Anteile ϕ, der Phasenwinkel φ, die Wahrscheinlichkeiten α_1 und α_2 und die Dicken d_1 und d_2 der beiden Lamellen angegeben.

α_1 und α_2 läßt sich aus Gleichung 2.34 berechnen, wobei beachtet werden muß, daß eine reelle Lösung der Nachfolgewahrscheinlichkeiten nur dann zustande kommt, wenn $\phi_1 = -\phi_2$. Die beobachteten Werte erfüllen diese Bedingung aber nur näherungsweise, sodaß zur Berechnung der Wahrscheinlichkeiten der Mittelwert von ϕ_1 und ϕ_2 herangezogen wird.

Die Fehlergrößen stehen unterhalb der Daten und beziehen sich auf die entsprechenden Stellen. Die Dicken der Lamellen werden nach Gleichung 2.35 berechnet.

Graphische Darstellungen der Wahrscheinlichkeiten und Dicken mit ihren Fehlern werden in den Abbildungen 42-44 wiedergegeben.

Tabelle 5 : Übersicht über die Ergebnisse der Auswertung des Kristalls K1, P1-A1-Phase

Reflex	$\lvert\lambda\rvert_1$	$\lvert\lambda\rvert_2$	$2\cdot\pi\langle\phi\rangle$	φ	α_1	α_2	d_1	d_2
(6 0 0)	0.8880	0.6660	0.3242	0.2972	0.1178	0.3355	82	29
	76	300	44		533	606	37	5
(8 0 0)	0.9040	0.7010	0.5875	0.5391	0.0977	0.2997	99	33
	27	280	26		186	332	19	4
(10 0 0)	0.8650	0.6140	0.7537	0.7226	0.1172	0.3681	82	27
	30	340	32		167	362	12	3
(2 0 2)	0.8940	0.6380	0.6786	0.6095	0.1115	0.3647	87	27
	34	220	26		161	270	13	2
(4 0 2)	0.8760	0.6910	0.8171	0.7860	0.1110	0.2959	87	33
	40	180	21		111	201	9	2
(0 0 4)	0.8590	0.7230	1.1910	1.1247	0.1349	0.2669	72	37
	60	160	21		97	171	5	2
(4 0 4)	0.8620	0.6640	1.5727	1.5237	0.1210	0.3153	80	31
	40	35	23		91	336	6	3
(7 1 0)	0.8800	0.7140	0.4778	0.4681	0.1095	0.2736	88	36
	60	520	52		420	645	34	8
(7 1 2)	0.8810	0.5800	1.1256	1.0663	0.1064	0.4038	91	24
	40	600	49		192	602	16	4
(3 1 1)	0.8830	0.6870	0.3085	0.3079	0.1143	0.3005	84	32
	75	400	58		681	776	50	8
(1 1 2)	0.8980	0.6060	0.5878	0.5510	0.0954	0.3874	101	25
	40	490	40		267	547	28	4
(0 2 2)	0.8780	0.6760	0.8379	0.9425	0.1275	0.3028	76	32
	70	410	102		444	547	26	6
(4 2 1)	0.8830	0.7240	0.4401	0.4618	0.1055	0.2568	92	38
	80	780	74		605	936	53	14
(6 2 1)	0.9090	0.6970	0.7131	0.6786	0.0858	0.2972	113	33
	80	350	33		204	391	27	4

Erläuterungen: s. Tab. 7

Tabelle 6 : Übersicht über die Ergebnisse der Auswertung des Kristalls K1, P2-A2-Phase

Reflex	$\lvert\lambda\rvert_1$	$\lvert\lambda\rvert_2$	$2\pi\langle\phi\rangle$	φ	α_1	α_2	d_1	d_2
(2 0 2)	0.9538 25	0.9579 29	0.3412 4	0.3299	0.0474 64	0.0433 66	110 15	122 18
(4 0 2)	0.9492 23	0.9643 22	0.5020 3	0.4970	0.0504 35	0.0353 34	103 7	149 15
($\bar{4}$ 0 $\bar{2}$)	0.9639 19	0.9645 15	0.5020 5	0.4970	0.0360 49	0.0354 47	145 20	149 20
(0 0 6)	0.9500 16	0.9615 19	0.4973 3	0.4895	0.0500 28	0.0386 29	104 6	137 10
(0 0 $\bar{6}$)	0.9395 28	0.9630 21	0.4923 3	0.4895	0.0596 39	0.0361 34	82 5	145 14
(0 0 4)	0.9591 28	0.9602 30	0.3355 5	0.3261	0.0417 72	0.0407 73	125 22	130 23
($\bar{6}$ 0 4)	0.9602 24	0.9691 20	0.1828 3	0.1740	0.0413 90	0.0324 89	126 28	163 45
(4 0 4)	0.9568 25	0.9503 43	0.6657 4	0.6597	0.0427 37	0.0492 51	122 11	107 11
(0 0 4)	0.9775 12	0.9661 18	0.3289 2	0.3261	0.0224 29	0.0338 32	233 31	156 45
($\bar{4}$ 0 6)	0.9626 24	0.9520 35	0.1565 4	0.1558	0.0370 126	0.0475 128	141 48	111 30
(6 0 $\bar{4}$)	0.9723 24	0.9611 29	0.1762 3	0.1740	0.0276 90	0.0388 92	189 62	136 32
(4 0 $\bar{6}$)	0.9679 32	0.9686 27	0.1674 5	0.1558	0.0349 142	0.0343 141	131 47	135 49
(0 0 $\bar{4}$)	0.9754 20	0.9661 27	0.3160 3	0.3261	0.0257 51	0.0344 54	195 37	153 24

Erläuterungen: s. Tab. 7

Tabelle 7: Übersicht über die Ergebnisse der Auswertungen des Kristalls K2, P1-A1-Phase

Reflex	$\lvert\lambda\rvert_1$	$\lvert\lambda\rvert_2$	$2\pi\langle\phi\rangle$	φ	α_1	α_2	d_1	d_2
(6 0 0)	0.8790 50	0.7450 320	0.4741 85	0.4172	0.1283 763	0.2619 825	75 44	37 12
(8 0 0)	0.8770 80	0.7360 380	0.5639 34	0.5561	0.1108 250	0.2508 431	87 20	39 7
(4 0 2)	0.8950 30	0.7770 110	0.9324 12	0.8916	0.1015 62	0.2177 120	95 6	45 2
(0 0 4)	0.8870 50	0.7530 120	1.1234 14	1.1153	0.0997 71	0.2337 126	97 7	42 2
(4 0 4)	0.8800 70	0.7740 170	1.5337 18	1.5256	0.1067 90	0.2126 173	90 8	46 4
(3 1 1)	0.8980 40	0.7860 180	0.4785 19	0.4455	0.1014 167	0.2133 240	95 16	46 5
(1 1 2)	0.8970 40	0.7610 170	0.7763 19	0.7226	0.1053 116	0.2384 199	92 10	41 3
(6 2 1)	0.8860 150	0.7450 280	0.7923 33	0.7760	0.1023 216	0.2433 317	94 20	40 5
(2 2 3)	0.8890 80	0.8080 140	1.0314 17	1.0091	0.1031 106	0.1837 154	94 10	53 4
(3 3 1)	0.8810 80	0.7420 520	0.4285 34	0.4285	0.1090 314	0.2450 576	88 25	40 9
(5 3 1)	0.8860 40	0.7640 190	0.6846 24	0.6151	0.1234 159	0.2417 243	78 10	40 4
(1 3 2)	0.8490 110	0.8230 300	0.6450 30	0.6082	0.1461 222	0.1720 345	66 10	56 11
(1 3 2)	0.8780 100	0.8310 260	0.6701 30	0.6007	0.1339 226	0.1786 327	72 12	54 10

Fortsetzung Tabelle 7:

Erläuterungen: $|\lambda_\vartheta|$ Eigenwerte der Pigeonit- bzw. Augitphase

$2\pi\phi$ gemittelter komplexer Anteil von $\lambda = |\lambda| e^{2\pi i \phi}$

Phasenfaktor $\varphi = 2\pi(\vec{\Delta}\vec{h})$

α_ϑ Nachfolgewahrscheinlichkeiten für das Auftreten einer Pigeonit- bzw. Augitlamelle

d_ϑ Dicke der Pigeonit- bzw. Augitlamelle in Å

Der Index ϑ =1 bezieht sich auf Pigeonit, ϑ =2 auf Augit.

Reflexdaten in eingerahmten Bereichen der Tab.5-7 sind von jeweils einer Aufnahme ermittelt worden.

In den Tabellen 8-10 sind die aus den Auswertungen ermittelten Konstanten J_1, J_2 und K (s. Gl. 2.32) der einzelnen Reflexe aufgeführt. Daneben werden die aus der Verfeinerung der gemittelten Pigeonitstruktur gewonnenen Strukturfaktoren F_1 wiedergegeben. Aus den Konstanten und F_1 lassen sich nun nach dem im Anhang A beschriebenen Formalismus die Strukturfaktoren der Augitphase F_2 berechnen. Um Skalierungseinflüsse zwischen den kalkulierten Strukturfaktoren F_1 und den aus Messungen gewonnenen Konstanten zu vermeiden, wird F_2 aus dem Verhältnis J_1/J_2 berechnet.

Weiterhin läßt sich F_2 auch aus J_1/K und J_2/K ermitteln, wobei diese Werte zu Testzwecken und Vorzeichenbestimmung verwendet werden und in Tab. 8-10 als T_1 bzw. T_2 und deren Mittelwert $\langle T \rangle = (T_1+T_2)/2$ erscheinen.

Da F_2 aus einer quadratischen Gleichung bestimmt wird, sind zwei Lösungen zu erwarten. In einigen Fällen kann eine Lösung von der Größenordnung her verworfen werden. Sind beide Lösungen sinnvoll, erscheinen sie in den Tabellen durch Schrägstrich(/) getrennt untereinander und sind nicht zu verwechseln mit den Standardabweichungen, die nur für die Konstanten ebenfalls unterhalb angegeben werden.

In der dritt- und zweitletzten Spalte der Tab. 8 wurden zum Vergleich die aus der Literatur ermittelten Strukturfaktoren F_2 eines Augits und eines Diopsids /77/ aufgeführt. In den Tab.9-10 wurde

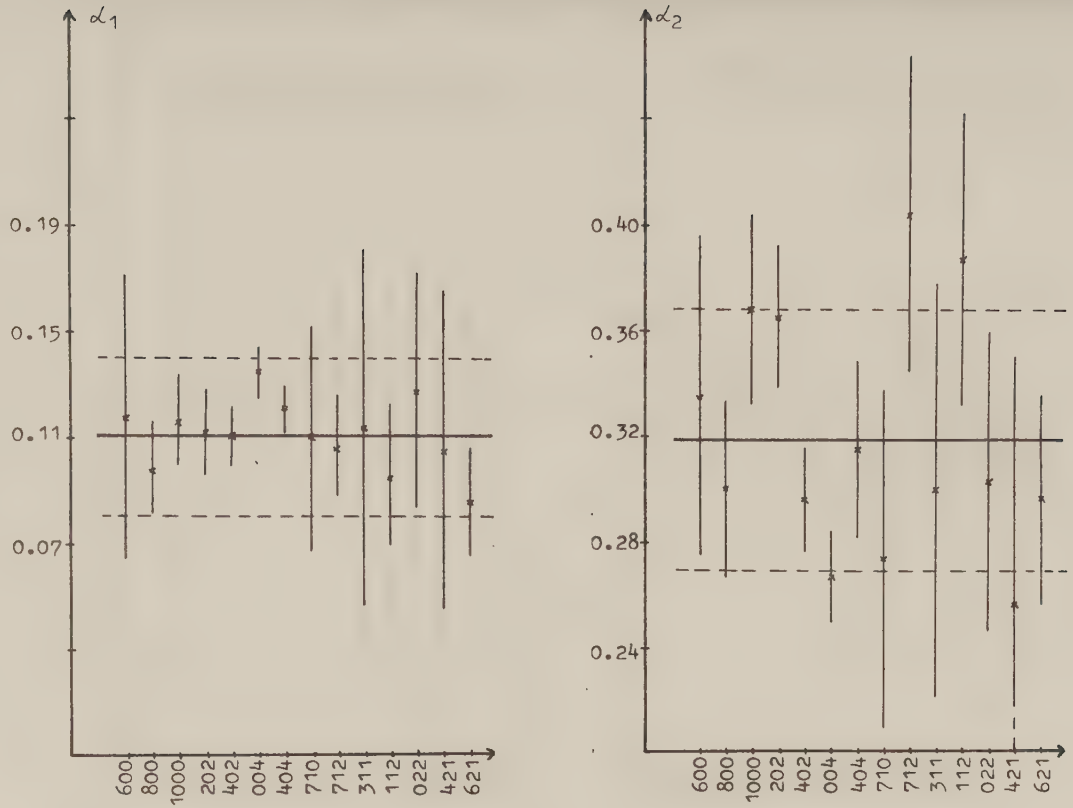


Abb.42a: Graphische Darstellung der Nachfolgewahrscheinlichkeiten α_1 und α_2 der Pigeonit- bzw. Augitphase des Kristalls K1, P1-A1-Lamelle
———— Mittelwert der gemessenen Größen
---------- Mittelwert der Fehler der gemessenen Größen

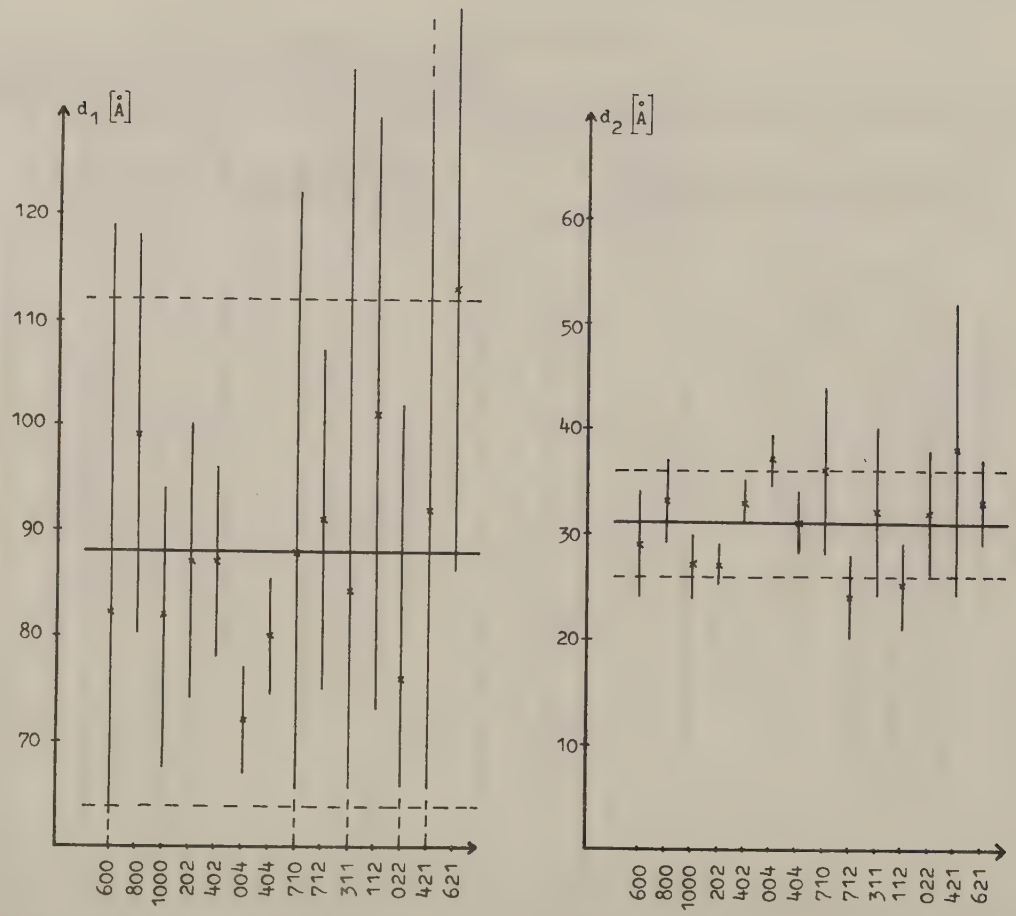


Abb.42b: Graphische Darstellung der Dicken d_1 und d_2 der Pigeonit- bzw. Augitphase des

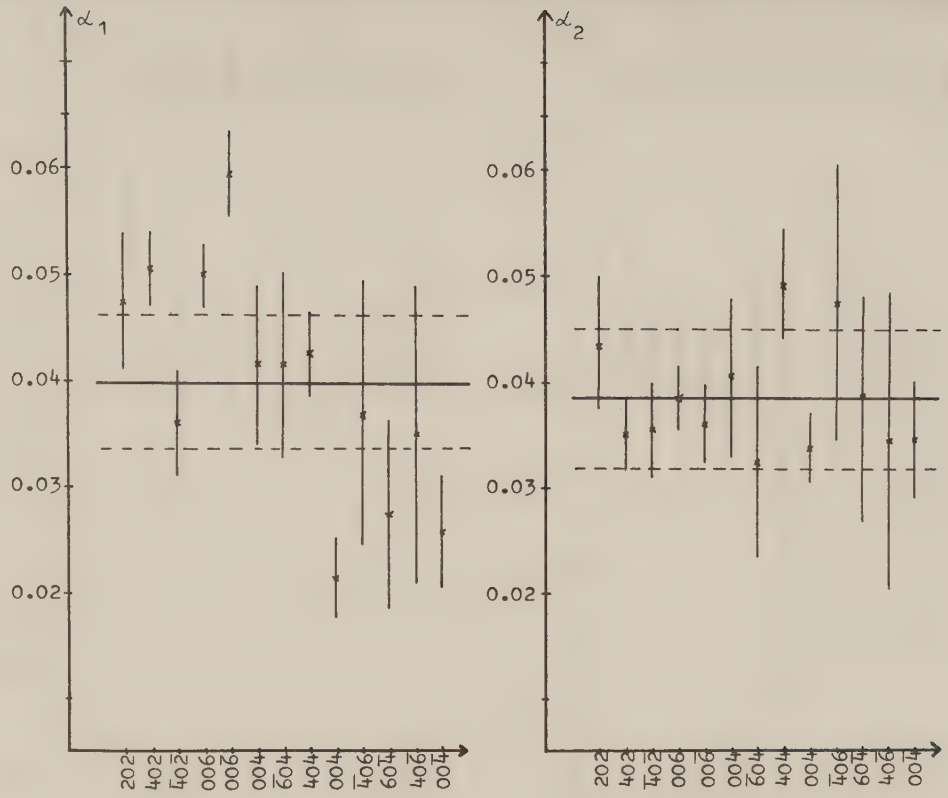


Abb.43a: Graphische Darstellung der Nachfolgewahrscheinlichkeiten α_1 und α_2 der Pigeonit- bzw. Augitphase des Kristalls K1, P2-A2-Lamelle

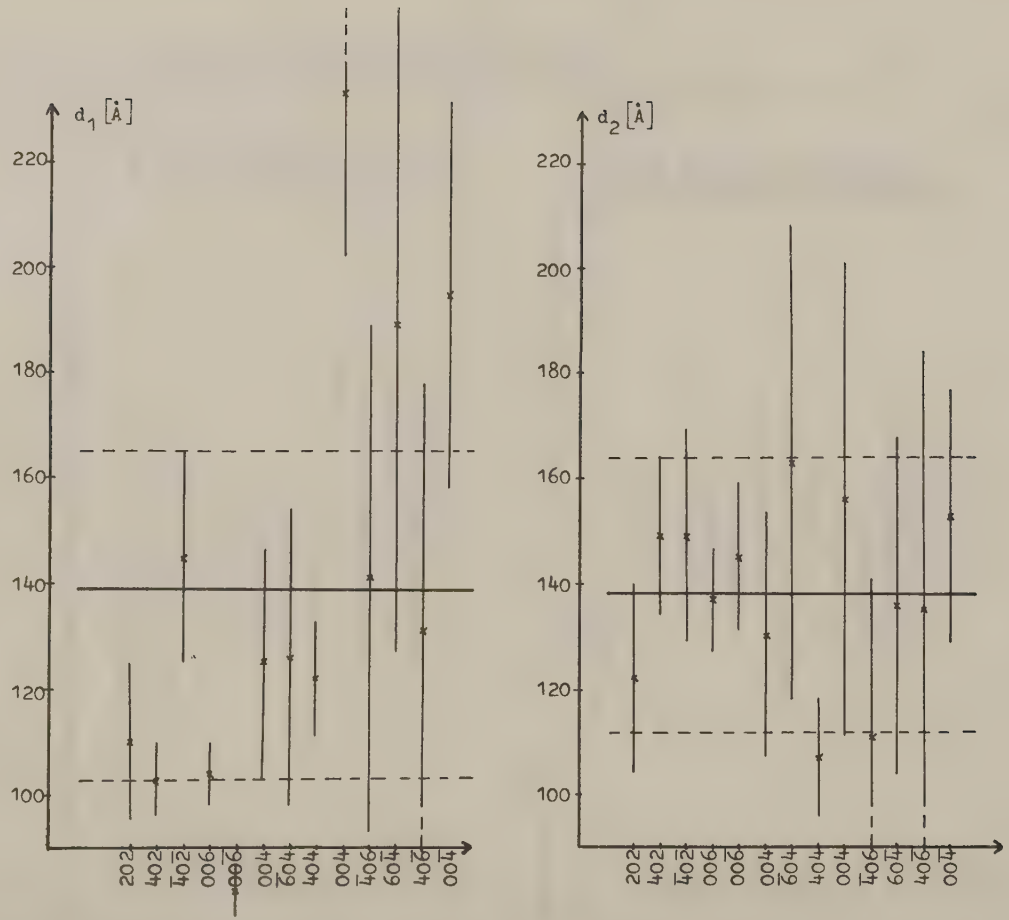


Abb.43b: Graphische Darstellung der Dicken d_1 und d_2 der Pigeonit- bzw. Augitphase des

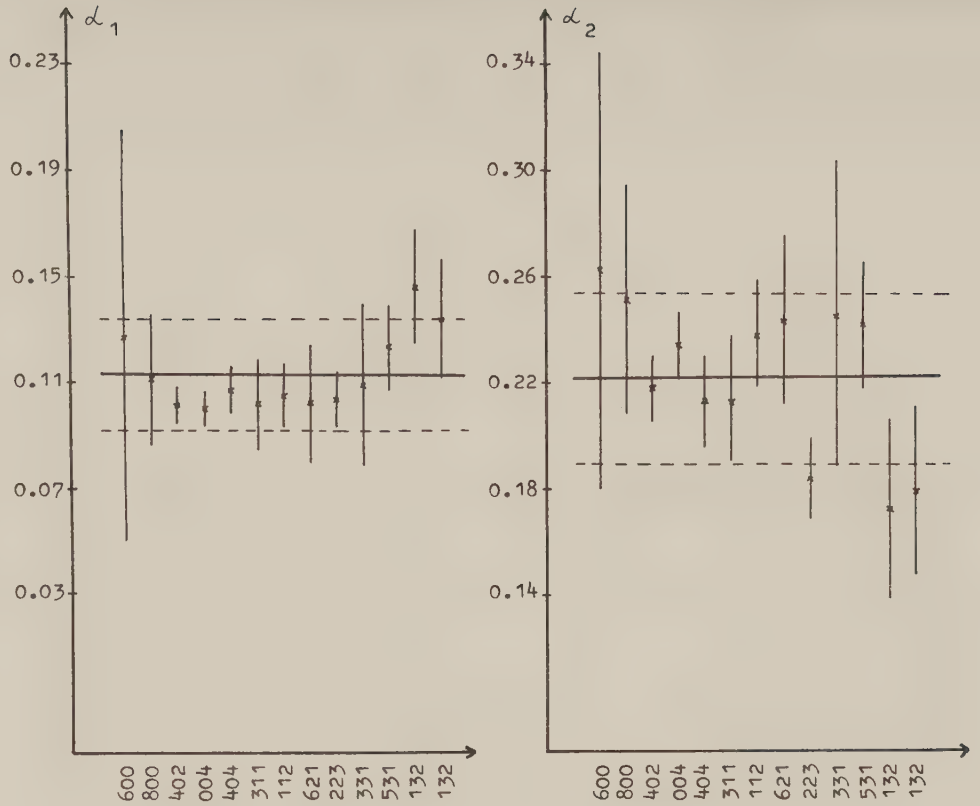


Abb.44a: Graphische Darstellung der Nachfolgewahrscheinlichkeiten α_1 und α_2 der Pigeonit- bzw.Augitphase des Kristalls K2, P1-A1-Lamelle

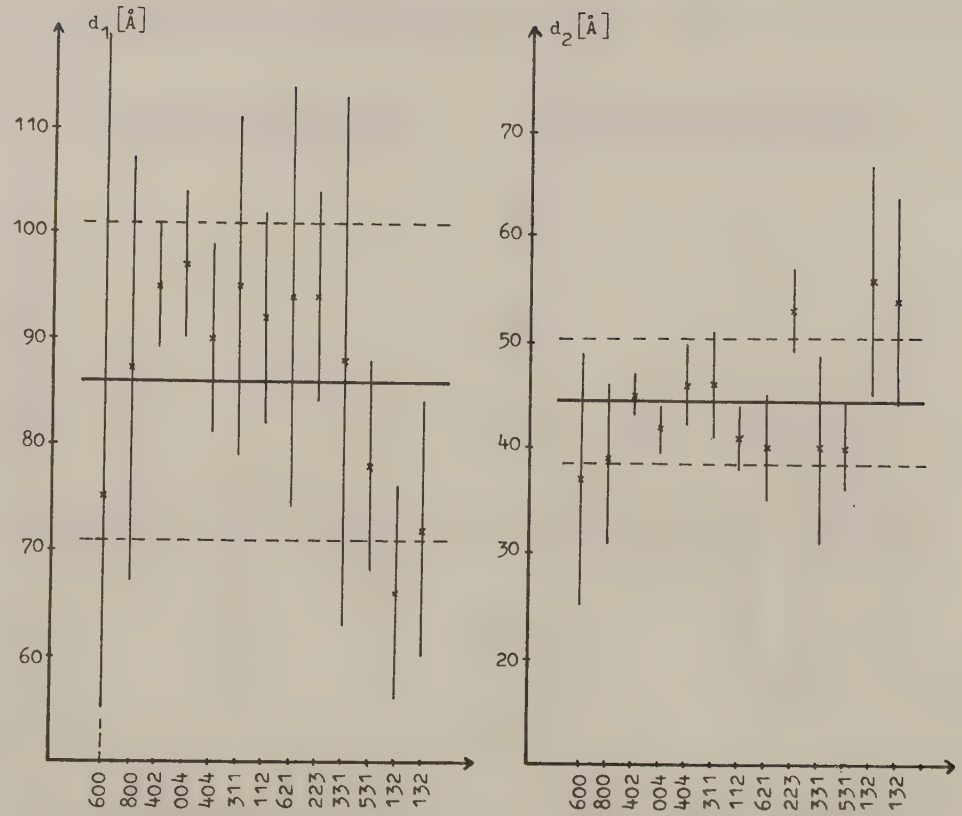


Abb.44b: Graphische Darstellung der Dicken d_1 und d_2 der Pigeonit- bzw. Augitphase des Kristalls K2, P1-A1-Lamelle

Tabelle 8: Konstanten und Strukturfaktoren für den Kristall K1, P1-A1-Phase

Reflex	J_1	J_2	K	F_1^{Pig}	F_2^{Aug} (cal.)	T_1	T_2	⟨T⟩	F_2^{Diop}	F_2^{Aug}	s F_2^{Aug} (cal.)
(6 0 0)	174 28	125 20	11 8	-101	-190/ 105	-11	4	-	42	43	55
(8 0 0)	201 4	69 9	13 3	70	74/ -63	12	249/ -9	-	42	36	39
(10 0 0)	210 4	51 7	5 2	-75	-70/ 61	3	13	8	30	30	37
(2 0 2)	146 3	89 7	14 3	96	142/ -122	26	-18	-	-45	-44	-64
(4 0 2)	270 6	116 8	10 3	-94	-103/ 97	-8	17	-	-61	-57	-54
(0 0 4)	138 5	83 5	19 2	62	67/ -67	64	70	67	55	51	35
(4 0 4)	168	54	10	68	63/ -63	104	51	77	48	42	33
(7 1 0)	75 3	24 6	1 3	-49	-48/ 40	1	3	2	27	22	21
(7 1 2)	119 3	32 7	6 2	49	50/ -48	3	-20	-	-33	-26	-25
(3 1 1)	57 3	42 13	0 6	65	117/ -71	-	-	-	-26	-38	-37
(1 1 2)	62 2	31 6	4 1	-51	-81/ 64	-7	8	-	-43	-32	-43
(0 2 2)	58 3	9 7	15 2	-30	-21/ 19	-	-	-	19	28	10
(4 2 1)	57 3	14 5	-2 3	-40	-36/ 30	4	-1	-	15	14	16
(6 2 1)	34 2	42 5	2 1	34	73/ -68	9	-7	-	43	33	38

Tabelle 9: Konstanten und Strukturfaktoren für den Kristall K1, P2-A2-Phase

Reflex	J_1	J_2	K	F_1^{Pig}	$F_{2(cal)}^{Aug}$	T_1	T_2	$\langle T \rangle$	F_2^{Aug}	$s \cdot F_{2(cal)}^{Aug}$
(2 0 2)	86 3	55 3	10 2	96	73/ -73	71	75	73	-45	60
(4 0 2)	138 4	87 3	7 1	-94	-62/ 62	-47	-81	64	-57	-51
($\bar{4}$ 0 $\bar{2}$)	105 3	80 3	5 1	-94	-81/ 81	-65	-101	-83	-57	-67
(0 0 6)	23 .5	10 .3	1 .2	-32	-18/ 18	-16	-22	-19	-19	-15
(0 0 $\bar{6}$)	25 1	11 .5	1 .2	-32	-16/ 16	-13	-21	-17	-19	-13
(0 0 4)	109 5	104 6	11 2	62	60/ -60	47	76	61.5	51	49
($\bar{6}$ 0 4)	99 4	85 4	10 2	-55	-45/ 45	-24	-87	-55	54	37
(4 0 4)	48 2	27 2	2 .5	68	55/ -55	44	67	55	42	45
(0 0 4)	76 2	61 2	3 .6	62	68/ -68	34	134	84	51	56
($\bar{4}$ 0 6)	68 3	61 4	1 2	-42	-45/ 45	-1	0	-.5	-34	-37
(6 0 $\bar{4}$)	63 3	72 3	3 1.5	-55	-70/ 69	-16	0	-8	54	57
(4 0 $\bar{6}$)	23 2	20 1	4 1	-42	-39/ 39	-35	-43	-39	-34	-32
(0 0 $\bar{4}$)	40 2	44 2	2 .6	62	74/ -74	46	124	85	51	61

Tabelle 10: Konstanten und Strukturfaktoren für den Kristall K2, P1-A1-Phase

Reflex	J_1	J_2	K	F_1^{Pig}	$F_2^{Aug}(cal)$	T_1	T_2	$\langle T \rangle$	F_2^{Aug}	s $F_2^{Aug}(cal)$
(6 0 0)	153 5	50 9	15 4	-101	-82/ 68	-21	-245	-133	43	-41
(8 0 0)	60 3	38 7	1 2.6	70	88/	1	-5	-	36	44
(4 0 2)	137 3	99 5	14 2	-94	-117/ 116	-72	-181	-126	-57	-59
(0 0 4)	95 3	110 5	2 2	62	102/ -102	10	-9	-	51	51
(4 0 4)	44 2	43 3	2 1	68	95/ -95	183	51	117	42	48
(3 1 1)	69 2	34 3	6 1.5	65	68/ -61	18	208	113	-38	34
(1 1 2)	59 2	36 3	10 2	-51	-60/ 58	-49	-71	-60	-32	-30
(6 2 1)	13 1	28 3	1 1	34	79/ -76	22	-	-	43	40
(2 2 3)	41 2	55 4	4 1	-40	-62/ 62	-40	-98	-69	-37	-31
(3 3 1)	29 1.5	13 3	0 0	37	41/ -34	-	-	-	16	21
(5 3 1)	347 9	126 12	43 6	-180	-146/ 137	-79	-243	-161	78	-74
(1 3 2)	31 2	15 3	3 1	28	21/ -21	8	47	27	-22	11
(1 3 2)	16 1	7 1	4 .6	28	20/ -20	24	18	21	-22	10

nur noch der Augitstrukturfaktor /77/ wiedergegeben. Über einen Skalierungsfaktor wird der aus der Fehlordnungstheorie berechnete Strukturfaktor $F_{2(cal)}^{Aug}$ dem von Clark et al./77/ ermittelten F_2^{Aug} angepaßt. Dieser erscheint in der letzten Spalte der Tab. 8-10. Eine Anpassung an die Diopsidstruktur führt zu keiner signifikanten Veränderung.

Erscheinen in den Tabellen 8-10 Striche, so konnte kein sinnvoller Strukturfaktor ermittelt werden.

4.6.4 Diskussion der Ergebnisse

4.6.4.1 Lamellendicken

Die relativ hohe Schwankungsbreite der Meßwerte, sowie der Fehler der Einzelgrößen resultiert in erster Linie aus den Störeinflüssen der sich überkreuzenden (100)- und (001)-Lamellensysteme, sowie der z.T. nicht mehr möglichen Auflösung der beiden Pigeonitphasen. Bei den Reflexen (600) und (421) läßt sich die überdurchschnittliche Fehlergröße auf eine unvollständige Trennung der Pigeonit-Augit-Phase (600) bzw. auf der geringen Intensität und der damit verbundenen hohen Schwankung der Einzelmeßpunkte (421) zurückführen.

In den Abb. 42-44 sind neben den Meßpunkten für die einzelnen Reflexe der Mittelwert der Nachfolgewahrscheinlichkeiten und Dicken, sowie der Mittelwert der Einzelfehler eingezeichnet. In Tab.11 sind diese Werte, sowie die Schichtdicken umgerechnet in Anzahl der jeweiligen Gittereinheiten für die einzelnen Phasen aufgeführt.

Die Lamellendicken der Pigeonitphasen des Kristalls K1 entsprechen in beiden Fällen ungefähr 9 Elementarzellen, während die Dicke der Augitlamellen sich um 2 Elementarzellen ändern. Die Lamellendicken der beiden Phasen des (001)-Systems sind gleich und betragen 27 Elementarzellen.

Tab. 11: Mittlere Nachfolgewahrscheinlichkeiten, Dicken in [Å] und in Anzahl der jeweiligen Gittereinheiten der einzelnen Phasen

Phasen	$\langle\alpha\rangle$	$\langle d\rangle$	Anzahl der EZ
P1(K1)	0.1111(297)	88(24)	~ 9
A1(K1)	0.3191(458)	31(5)	~ 3
P2(K1)	0.0398(65)	139(26)	~27
A2(K1)	0.0384(67)	138(26)	~27
P1(K2)	0.1132(211)	86(15)	~ 9
A1(K2)	0.2225(292)	45(6)	~5

4.6.4.2 Strukturfaktoren

Die Konstanten J_ν und K, die aus der Anpassung der theoretischen Fehlordnungskurve an die gemessene gewonnen wurden, stehen im engen Zusammenhang mit der Intensität bzw. den Strukturfaktoren der einzelnen Phasen. Bei den Auswertungen wurde F_1 für beide Pigeonitphasen gleich angesetzt, in der Annahme, daß die Strukturen und chemischen Zusammensetzungen sehr ähnlich sind. Mit diesen bekannten Größen kann der Strukturfaktor F_2 berechnet werden, wobei jeweils zwei im Vorzeichen verschiedene Lösungen auftreten müssen. Der vom Fehler her verläßlichste $F_{2(cal)}^{Aug}$ läßt sich aus dem Verhältnis J_1/J_2 berechnen, da die Asymmetrieterme K einerseits sehr klein, andererseits empfindlich auf Störungen durch den Einfluß der anderen Lamelle reagieren. Davon ist am stärksten die P1-A1-Phase des Kristalls K1 betroffen. Nur bei den Reflexen (004) und (404) war eine vollständige Trennung der P1-P2-Phasen möglich, und damit eine korrekte Intensitätserfassung gewährleistet. Wie aus Tab. 8 hervorgeht, geben T_1 und T_2 Lösungen gleicher Größenordnung wie $F_{2(cal)}^{Aug}$ und bestimmen auch die Phasen des Strukturfaktors. Die entsprechenden zweiten Lösungen von T_1 und T_2 sind physikalisch nicht sinnvoll.

Wesentlich besser verläuft die $F_{2(cal)}^{Aug}$ Berechnung aus der P2-A2-Phase des Kristalls K1, da in diesem Fall der Störeinfluß der P1-A1-Phasen geringer ist als umgekehrt. Der Mittelwert <T> der beiden Strukturfaktoren T_1 und T_2 ist bis auf zwei Ausnahmen den Strukturfaktoren $F_{2(cal)}^{Aug}$ vergleichbar. Auch für die P1-A1-Phase des Kristalls K2 gilt entsprechendes, da in diesem Fall die Phasen P1-P2 gut trennbar sind. Über einem Skalierungsfaktor s wird der beobachtete Strukturfaktor $F_{2(cal)}^{Aug}$ dem aus der Literatur entnommenen Strukturfaktor F_2^{Aug} angepaßt und anschließend der R-Wert gebildet (Tab. 12).

Tab. 12: R-Werte der einzelnen Phasen der Kristalle

Phasen	$R=\sum\|\|F_o\| - \|F_c\|\|/\sum\|F_o\|$
P1-A1 (K1)	0.2150
P1-A1 (K2)	0.1178
P2-A2 (K1)	0.1457

R-Werte bezogen auf die Diopsidstruktur sind von gleicher Größenordnung.

Wie aus Tab. 9 und 10 ersichtlich ist, haben die aus Strukturverfeinerungen gewonnenen Reflexe (202), ($\bar{6}04$) und (600), (311), (531), (132) unterschiedliches Vorzeichen, d.h. entgegengesetzte Phase. In diesen Fällen stimmt der aus der Fehlordnungstheorie ermittelte Phasenfaktor mit dem des Pigeonits überein. Bei Gleichphasigkeit der Pigeonit - Augit - Strukturfaktoren entspricht das Vorzeichen der berechneten $F_{2(cal)}^{Aug}$ dem der Pigeonit- bzw. Augitphase.

Die hier durchgeführten Berechnungen stimmen mit der Beobachtung überein. In den Abb. 19 und 23 wurden Modellrechnungen für gleichphasige und antiphasige Strukturfaktoren durchgeführt. Es zeigte sich, daß bei der Struktur mit der Antiphase praktisch keine diffuse Streuung zwischen den Reflexen zu beobachten waren, während bei Gleichphasigkeit ein Maximum an diffuser Streuung vorlag.

Die in Weißenbergaufnahmen zu beobachtenden oben genannten Reflexgruppen zeigen aber eine starke diffuse Streuung zwischen den entsprechenden Reflexen, während eine deutlich ausgeprägtere Asymmetrie der Reflexe nicht zu erkennen war.

Zur Klärung dieser teilweisen unterschiedlichen Phasenergebnisse der terrestrischen einphasigen Augite und den lunaren Pigeonit-Augit-Lamellensystemen bedarf es weiterer Untersuchungen.

4.6.5 Überstruktur

Die im Abschnitt 2.7 beschriebene Theorie für annähernd periodische Lamellensysteme /65/ wurde an der Reflexgruppe (004) des Kristalls K1 angewendet. Dazu wurde eine extrem hochauflösende Weißenbergaufnahme angefertigt (Abb. 45).

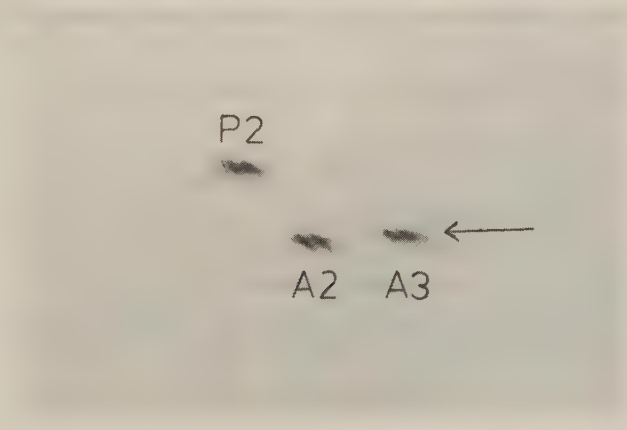


Abb. 45: Vergrößerter Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme, [010], Reflexgruppe (004), CuK_{α_1} des Kristalls K1

Deutlich erkennbar ist die Aufsplittung der Reflexe der P2-A2- und P3-A3-Phasen, außerdem wird A2-A3 durch einen gekrümmten "streak" miteinander verbunden.

In Richtung des Pfeils in Abb.45 wurde ein Schwärzungsprofil (Abb.46a) aufgenommen und mit einer theoretischen Rechteck - Verteilungsfunktion (Abb. 46b) verglichen. Die mittlere Domänenbreite der A3-Phase betrug bei dieser Modellrechnung 14, die der A2-Phase 21 Gittereinheiten, die Halbwertsbreiten der Verteilungsfunktionen wurden mit 2 bzw. 10 Einheiten angenommen. Der Strukturfaktor für A3 betrug $F_{A3}=2$, der für $F_{A2}=1$. Im Fall der Kophasigkeit der Strukturfaktoren wird wieder ein Maximum an Streuung zwischen den Reflexen beobachtet, während bei antiphasigen Strukturfaktoren der diffuse Anteil verschwindet.

Das theoretische Intensitätsprofil zeigt eine gute Übereinstimmung mit der Photometerkurve und bestätigt die Annahme, daß als Ursache für das Aufspalten der Reflexe eine Überstrukturbildung durch Verteilungsfunktionen der Domänen mit kleiner Halbwertsbreite angesehen werden kann.

4.7 Theoretische Betrachtungen eines Vierlamellen - Modells

Bei den bisherigen Überlegungen wurde davon ausgegangen, daß die Verwachsungsebene der Pigeonit - Augit - Lamellen immer genau zwischen den Elementarzellen liegen (s. Abb. 14). Im nachfolgenden Modell soll nun erlaubt sein, daß die Grenzflächen auch innerhalb der Elementarzellen auftreten dürfen. Damit werden die Elementarzellen aufgespalten in Unterzellen, wobei die ursprünglichen Strukturfaktoren F_1 und F_2 sich in F_1' und F_1'' bzw. F_2' und F_2'' zerlegen (Abb.47).

Wie aus der Abbildung hervorgeht, kann die Reihenfolge der Pigeonitlamellen F_1' und F_1'' sich nicht ändern, entsprechendes gilt für die Augitlamelle. Damit ist ein Aufeinanderfolgen von zwei gleichen Unterzellen ausgeschlossen und die Nachfolgewahrscheinlichkeiten sind in diesen Fällen null.

$$F_1 \longrightarrow F_1 \quad : \quad \alpha = 0$$
$$F_1' \longrightarrow F_1' \quad : \quad \alpha = 0$$
$$F_2 \longrightarrow F_2 \quad : \quad \alpha = 0$$
$$F_2' \longrightarrow F_2' \quad : \quad \alpha = 0$$

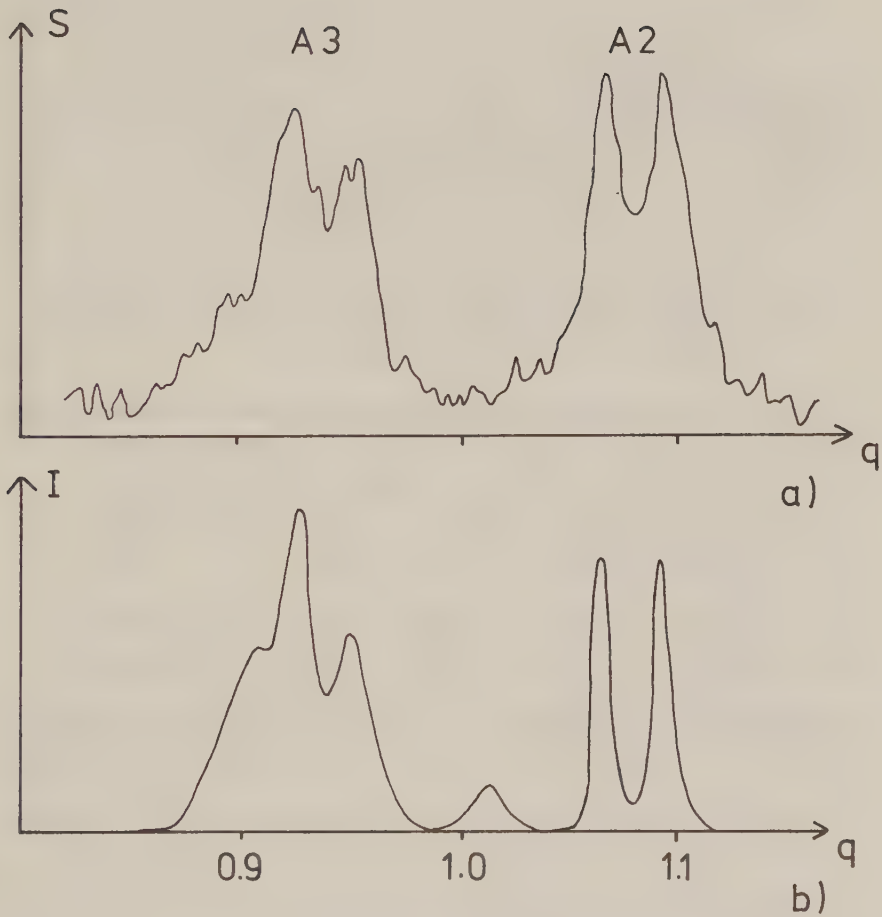


Abb. 46: a) Photometerkurve (Schwärzung) entlang der in Abb. 45 eingezeichneten Scan - Richtung

b) Modellrechnung mit Rechteck - Verteilungsfunktion

$B_{A3} = 14$, $B_{A2} = 21$, $FWHM_{A3} = 2$, $FWHM_{A2} = 10$,

$\varphi_{A3} = -0.08 \cdot 2\pi$, $\varphi_{A2} = 0.08 \cdot 2\pi$, $F_{A3} = 2$, $F_{A2} = 1$ /65/

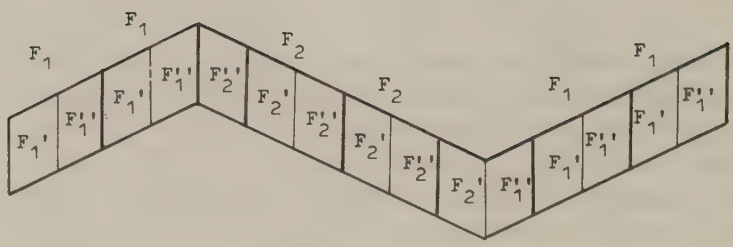


Abb. 47: Modell einer fehlgeordneten Struktur mit vier Lamellen und kongruenten Verwachsungsebenen

Weiterhin wird angenommen, daß die Wahrscheinlichkeit der Fortsetzung der Lamellen 1' durch 1'' (bzw. 2' durch 2") gleich ist der von 1" durch 1' (bzw. 2" durch 2'). In Analogie zum Zwei - Lamellen - Modell werden sie mit $1 - \alpha_1$ bzw. $1 - \alpha_2$ bezeichnet. Daraus ergibt sich als Fortsetzung der Lamelle 1' durch 2' $\alpha_3 \cdot \alpha_1$ und 1' durch 2" $(1 - \alpha_3) \cdot \alpha_1$ usw. .

Nachfolgende Matrix gibt eine Übersicht über die Nachfolgewahrscheinlichkeiten für das Auftreten der vier verschiedenen Lamellen.

Lamellen	1'	1"	2'	2"
1'	$0 \quad e^{-i\varphi}$	$(1-\alpha_1) \cdot e^{-i\varphi}$	$\alpha_3 \cdot \alpha_1 \cdot e^{-i\varphi}$	$(1-\alpha_3) \cdot \alpha_1 e^{-i}$
1"	$(1-\alpha_2) \cdot e^{-i\varphi}$	$0 \quad e^{-i\varphi}$	$\alpha_4 \alpha_1 \cdot e^{-i\varphi}$	$(1-\alpha_4) \cdot \alpha_1 e^{-i}$
2'	$\alpha_3 \cdot \alpha_2 \cdot e^{i\varphi}$	$(1-\alpha_3) \cdot \alpha_2 e^{i\varphi}$	$0 \quad e^{i\varphi}$	$(1-\alpha_2) \cdot e^{i}$
2"	$\alpha_4 \cdot \alpha_2 \cdot e^{i\varphi}$	$(1-\alpha_4) \cdot \alpha_2 e^{i\varphi}$	$(1-\alpha_2) \cdot e^{i\varphi}$	$0 \quad e^{i}$

Der Phasenfaktor kann entsprechend dem Zweilamellen - Problem angesetzt werden, da die Dicken der Augit- bzw Pigeonitreichen Schichten sich im Vierlamellen - Modell nicht grundsätzlich vom Zweilamellen - Modell unterscheiden.

Mit diesem Ansatz wurde nach einem Programm von Moritz /78/ für verschiedene Phasen und Wahrscheinlichkeiten Eigenwerte berechnet, die Auskunft geben sollten über mögliche Änderungen in der Diffusität und Verschiebung der Reflexe.

Dazu wurde im ersten Schritt für α_1 und α_2 die ungefähren Werte aus der Berechnung des Lamellensystems P1-A1 des Kristalls K2 eingesetzt und der Zweilamellen - Fall simuliert, indem $\alpha_3 = 0$ und $\alpha_4 = 1$ vorgegeben wurden. Diese Teilung der Elementarzelle führt zu einer Verdoppelung der reziproken Gitterzelle, wobei Überstrukturreflexe auftreten. Die Eigenwerte α_3 und α_4 müssen dem Betrag nach gleich sein mit α_1 und α_2. Tab. 12 gibt die Eigenwerte für drei verschiedene Phasenwinkel an.

Tab. 12: Eigenwerte in Abhängigkeit vom Phasenwinkel für
$\alpha_1 = 0.1140$, $\alpha_2 = 0.2330$, $\alpha_3 = 0$, $\alpha_4 = 1$

φ	λ_1	λ_2	λ_3	λ_4
0.3142	0.714 0.183	0.858 -0.220	-0.714 -0.183	-0.858 0.220
0.6283	0.618 0.423	0.720 -0.493	-0.618 -0.423	-0.720 0.493
0.9425	0.450 0.600	0.522 -0.697	-0.450 -0.600	-0.522 0.697

*Die Darstellung der Eigenwerte wird in der Form z=a+ib gegeben, wobei der imaginäre Anteil unterhalb des realen steht.

Im zweiten Schritt werden nun die Wahrscheinlichkeiten α_3 und α_4 zwischen 0 und 1 variiert und die Abweichungen vom Zweilamellen - Fall betrachtet. Aus den Rechnungen geht hervor, daß die maximale prozentuale Abweichung der Beträge der Eigenwerte von denen der Tab. 12 im Fall α_3 2.3% und im Fall α_4 1.1 % beträgt. Die maximale Abweichung der Phasen der Eigenwerte liegen im selben Bereich.

Die Fehler der durch Messungen ermittelten Eigenwerte liegen ungefähr im selben Größenordnungsbereich, sodaß eine Unterscheidung zwischen dem Zwei- und Vierlamellen - Modell bei dieser Untersuchung nicht möglich ist. Diese Aussage bezieht sich nur auf die Eigenwerte. Der Beitrag der komplexen Strukturfaktoren wird hierbei nicht berücksichtigt.

5. Diskussion

Die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen zeigten eindeutig das Vorhandensein von zwei voneinander getrennten Lamellensystemen. Diese Tatsache wurde von Nakazawa und Hafner /70,71/ erstmals am lunaren Gestein 14053 festgestellt, wobei die diffusere (100)-Lamelle als eine Tieftemperaturausscheidung angesehen wird, die,auf Grund der abnehmenden Atomdiffusionsraten bei sinkender Temperatur, nach der (001)-Lamelle entstanden sein muß.

Im Gegensatz zu den Beobachtungen von Jaffe et al. /81/ bei Pyroxenen des Gesteins 12040 liegen bei den Kristallen K1 und K2 die Verwachsungsebenen parallel zu (100) und (001). Nakazawa und Hafner berechneten aus dem Verhältnis der Gitterkonstanten a_{Pig}/a_{Aug} und c_{Pig}/c_{Aug} in Abhängigkeit der Temperatur eine sogenannte kritische Temperatur, bei der mittels eines einfachen geometrischen Modells ein Umklappen von der (001)- zur (100)-Verwachsungsebene erklärt wird. Die kritische Temperatur wird unter der Annahme einer linearen thermischen Ausdehnung der Gitterkonstanten von Pigeonit mit ca. 700°C angenommen. Auf Grund der Inversion der Pigeonite von C 2/c nach P 2_1/c muß aber ein nichtlinearer Ansatz vorgenommen werden, der zu einer Erhöhung der kritischen Temperatur auf ca. 800°C führt. Diese Temperatur stimmt aber in etwa mit der von Prewitt et al. /79/ ermittelten Inversionstemperatur überein, sodaß der AugitA(001) aus der Hochpigeonitphase (C 2/c) und der Augit A(100) aus der Tiefpigeonitphase (P 2_1/c) ausgeschieden worden sein muß.

Die Augitphase der (100)-Lamelle zeigt bei den untersuchten Kristallen eine deutlich unterschiedliche Diffusität, die vermuten läßt, daß die Abkühlungsrate unterhalb 800°C nicht langsam genug war, um eine vollständige Tieftemperaturphase von Augit auszuscheiden.

Nicht in Einklang zu bringen ist diese Theorie mit den hier gemach-

ten Beobachtungen. Die breitere Augit A(100)-Lamelle des Kristalls K2 läßt auf eine langsamere Abkühlungsrate als die des Kristalls K1 schließen. Dagegen wird eine deutlich stärkere Separierung der P1-P2 - Reflexe beobachtet.

Aus Untersuchungen über den Austausch von Mg^{2+} - und Fe^{2+}-Atomen auf den M1- und M2-Plätzen in natürlichen und getemperten Pigeoniten vom Basalt 14053.47 ermittelten Schürmann und Hafner /69/, daß der Verteilungskoeffizient bei den natürlichen größer ist als bei den getemperten. Diese Tatsache läßt auf eine sehr rasche Abkühlung schließen, dagegen sprechen einerseits Textur und Korngröße der Probe, andererseits die Bildung von Ausscheidungslamellen, die eher eine langsamere Abkühlung vermuten lassen. Eine mögliche Erklärung wird mit der Wiederaufheizung des Gesteins 14053 gegeben.

Zu ähnlichen Ergebnissen kommen Ghose et al. /55/ bei Untersuchungen an Klinopyroxenen von der Apollo 12 und 14-Mission. Bei der Ermittlung der Kationenordnung zeigte der Pigeonit von 14053 den größten Unordnungsgrad. Dies läßt auf eine spätere Aufheizung oberhalb der Gleichgewichtstemperatur von ca. 840°C schliessen, wobei die Aufheizzeit sehr kurz gewesen sein muß, da keine zweite (001)-Lamelle beobachtet wurde. Die anschließende Abkühlung muß auf Grund des Unordnungsgrades rasch erfolgen, da der Kationenaustausch bei hoher Temperatur ebenfalls hoch ist.

Elektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen bei Pyroxenen des Gesteins 12053 zwei verschiedene um ~1° gedrehte (001)-Lamellen, was auf eine Unterbrechung in der Abkühlung der Pyroxene hindeutet. Wegen der Nichtüberkreuzung der zweiten (001)-Lamelle mit der ersten wird eine spätere Ausbildung vermutet. Ghose et al. nehmen an, daß ein Temperaturanstieg innerhalb des Gesteins für die Bildung der zweiten Lamelle verantwortlich ist.

Einen Einblick in den Entstehungsmechanismus gibt Champness und Lorimer /80/. Elektronenmikroskopische Aufnahmen von Apollo 11 - Pyroxenen zeigten Lamellendicken von ca. 500 Å, Apollo 12 - und 14 - Pyroxene dagegen wesentlich feinere. Die gröbere Lamelle

könnte entstanden sein, als der Phenokrist sich noch im Magma befand, während die feinere durch rasches Abkühlen an der Oberfläche entstand.

Mehrere Entstehungsmechanismen können verantwortlich sein für das Auftreten der breiteren Lamelle, die feinere dagegen kann durch einen Zusammenbruch des einphasigen Pyroxens in Ca-arme Pigeonite und Ca-reiche Augite bedingt durch einen spinodalen Entmischungsvorgang gedeutet werden. Dieser Vorgang läßt sich nur erklären bei Pyroxenen, deren Phasen ähnliche chemische Zusammensetzung haben. In Abb. 48 wird ein Phasendiagramm eines Pyroxens des Gesteins 12052 von Champness und Lorimer /89/ gezeigt.

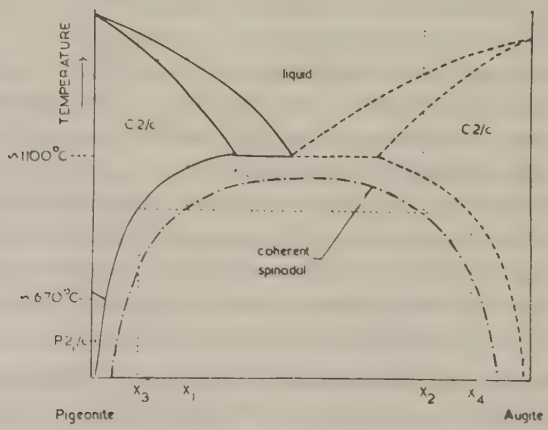


Abb.48: Phasendiagramm für einen Pyroxen des Gesteins 12052 nach Champness und Lorimer /89/

Champness und Lorimer beobachteten , daß (100)-Augit Ausscheidungen nur dann vorhanden waren, wenn die (001)-Augitlamellen dünner als 200 Å sind.

Nakazawa und Hafner /70,71/ beobachteten speziell an den Reflexen (004) und (404) der Augit (100)-Phase eine zweidimensionale Diffu-

sität, d.h. aus Precession-Aufnahmen erscheint es, als ob diffuse "streaks" von Augit (100) in Richtung Pigeonit (100) und Augit (001) verlaufen. Aus den in der vorliegenden Arbeit angefertigten hochauflösenden Weißenbergaufnahmen ist dieser Sachverhalt nicht zu beobachten. Vielmehr erkennt man, daß sich eine dritte Pig/Aug (001)-Phase (A3-P3) ausbildet, während die Augit (100)- Reflexe eindimensional diffus sind.

Trotz der unterschiedlichen Beobachtung, läßt sich die Entstehungsgeschichte der untersuchten Pyroxene in ähnlicher Weise, wie von Ghose et al. /55/ und Schürmann et al. /69/ erklären. Oberhalb einer kritischen Temperatur von ca. 840°C bildet sich die Augit (001)-Phase (A2) aus, während die feinere Augit(100)-Lamelle sich aus der Tieftemperaturphase des Pigeonits ausschied, bedingt durch einen spinodalen Entmischungsvorgang. Ein Wiederaufheizen des Gesteins 14053 oberhalb der kritischen Temperatur führte zur Bildung der dritten Augit (001)-Phase (A3-P3). Auf Grund des gekrümmten "streaks" zwischen den A3-A2-Reflexen, wird eine inkongruente Verwachsungsfläche vermutet. Diese Verwachsungsebenen des Lamellensystems A2-A3 bzw. P2-P3 liegen parallel $(20\bar{1})$.

In Abb.49a wird schematisch der Aufbau der Lamellensysteme gezeigt unter der Voraussetzung, daß als erstes Lamellensystem P2-A2, als zweites P1-A1 und als drittes P3-A3 entstanden ist, in Abb.49b soll das (100)-Lamellensystem (P1-A1) als letztes entstanden sein, d.h. der Temperaturanstieg des Gesteins fand statt, bevor die Temperatur sich soweit abkühlte, daß es zur spinodalen Entmischung kam. Die Richtung der Phasengrenze in der Abb. 49 entsprechen nur ungefähr der geometrischen Anordnung.

Ein drittes Modell wird in Abb. 49c vorgestellt. Dabei wird angenommen, daß sich zuerst ein Ca-arme und Ca-reiche Pigeonitphase ausbildet, dann die zugehörigen Augit (001)-Phasen und als letztes das P1-A1-Lamellensystem. In elektronenmikroskopischen Aufnahmen werden die Phasengrenzen P1-P2, P2-P3 und A2-A3 auf Grund der ähnlichen chemischen Zusammensetzung und Struktur nicht zu unterscheiden sein.

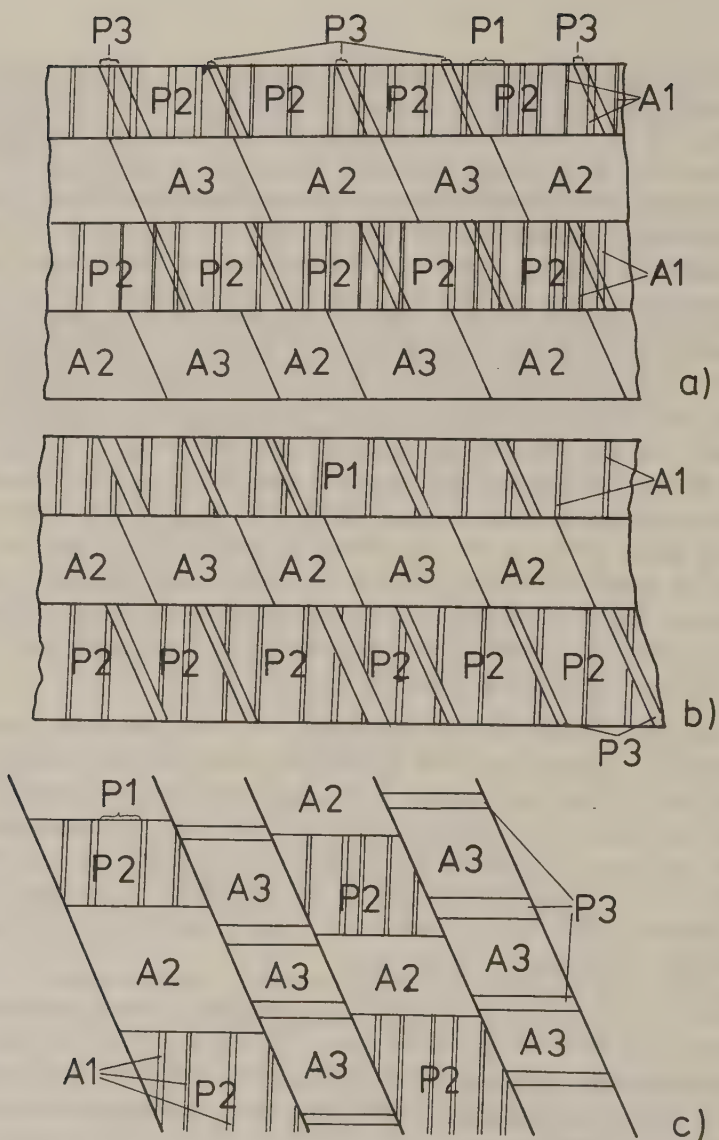


Abb.49: Schematische Modelle für die Bildung der Pig/Aug-Lamellensysteme im Gestein 14053
a) Reihenfolge der Lamellenbildung 1)P2-A2,2)P1-A1, 3)P3-A3
b) " " 1)P2-A2,2)P3-A3, 3)P1-A1
c) " " 1)P - P,2)P2-A2 bzw. P3-A3
3)P1-A1

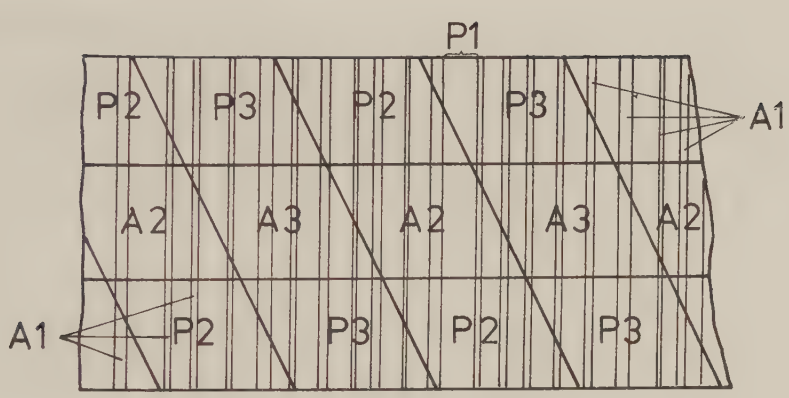


Abb.49d: Reihenfolge der Lamellenbildung 1) P1 - A1
2) P - A
3) P2 - A2 bzw. P3 - A3

Eine weitere Möglichkeit der Ausscheidungsabfolge wird in Abb.49d gezeigt. Nach wie vor wird an der Feststellung festgehalten, daß die Ausscheidung des (100)-Lamellensystems unabhängig ist von der der (001)-Lamellensysteme. Im Gegensatz zu den vorherigen Modellen wird nun aber angenommen, daß sich das (100)-Lamellensystem (P1-A1) zuerst aufgrund eines spinodalen Entmischungsvorgangs ausgeschieden hat und nach Beendigung der gesamten Entmischungen als Relikt in den einzelnen Kristalliten mehr oder weniger verschieden stark ausgeprägt vorliegt.

Im zweiten Schritt wird das (001)-Lamellensystem (P-A) gebildet und anschließend die P2-P3 - und A2-A3 - Systeme. Auffallend ist hierbei die Kohärenz der beiden letztgenannten Strukturen. In beiden Fällen wird ein ähnlich verlaufender gekrümmter "streak" zwischen den Pigeonit bzw. Augitreflexen beobachtet. Auch die Modulation der entsprechenden Reflexe und die diffusen Streifen in Richtung c* zeigen starke Ähnlichkeiten.

Aus diesem Grund läßt sich vermuten, daß jeweils A2 und P2 bzw. A3 und P3 Domänen benachbart sind. Würden A2 und P3 bzw. A3 und P2 ebenfalls benachbart sein, wie in den Modellen in Abb.49a-c gezeigt, sollte ebenfalls ein diffuser "streak" zwischen A2 und P3 bzw. A3 und P2 beobachtet werden können. Eine Erklärung für die schwache Intensität des P3 - Reflexes kann mit dem letztgenannten Modell nicht gegeben werden.

Nakajima und Hafner /88/ führten neben Röntgen- und Heizexperimenten auch elektronenmikroskopische Untersuchungen an Klinopyroxenen des lunaren Basalts 14053 durch. Die Aufnahmen zeigen für verschiedene Bereiche in Bezug auf Lamellendicke und Grenzflächenverlauf ein derart unterschiedliches Verhalten, daß eine eindeutige Zuordnung zu einem der vorgeschlagenen Modelle nicht möglich ist.

Zusammenfassung

Silikate gehören zu den weitverbreitesten natürlich vorkommenden Mineralien. An ihnen werden Verwachsungserscheinungen aller Arten beobachtet und untersucht, um Aufschlüsse über die Entstehungsbedingungen zu erhalten. Die strukturellen Verwachsungen lassen sich in chemisch homogene und inhomogene einteilen, wobei zu der ersten Gruppe einfache Zwillinge, Zwillinge mit periodischen und statistisch auftretenden Grenzflächen, zu der zweiten inkohärente und kohärente Verwachsungen gehören.

Die Intensitätsverteilung eines Strukturmodells mit zwei Lamellen, wobei es sich um eine kohärente Verwachsung mit statistisch auftretenden Grenzflächen handelt, wurde mit Hilfe der eindimensionalen Fehlordnungstheorie von Jagodzinski berechnet und diskutiert. Der Intensitätsverlauf von Reflexen mit gleicher Streuphase zeigte den größten Anteil von diffuser Streuung zwischen den entsprechenden Reflexen, während antiphasige Streufaktoren zu einem Minimum an diffuser Streuung führten, während die Asymmetrie der Reflexe maximal waren.

Als Anwendungsbeispiel wurde mit den Pyroxenen eine der wichtigsten gesteinsbildenden Mineralien gewählt. Pyroxene können in Ca-arme Pigeonite und Ca-reiche Augite eingeteilt werden, deren Raumgruppen P $2_1/c$ bzw. C 2/c sind. Der hier untersuchte Pyroxen des lunaren Basalts 14053 stammt von der Fra Mauro Formation und hat eine durchschnittliche chemische Zusammensetzung von $(Ca_{0.11}, Mg_{0.6}, Fe_{0.29})\ SiO_3$.

Die Kristalle zeigen auf hochauflösenden Weißenbergaufnahmen Lamellensysteme mit kongruenten Verwachsungsflächen parallel zu (100) und (001) und inkongruenten Grenzflächen parallel zu $(20\bar{1})$. Außerdem werden bei den Reflexen der (001)-Lamelle Modulierungen festgestellt, wobei als Ursache eine Überstrukturbildung durch relativ schmale Verteilungsfunktionen angesehen werden kann. Um die exakten Breiten der Lamellen feststellen zu können, wurden Intensitätsprofile "on-line" vermessen und mit einem theore-

tisches Modell verglichen. Dabei ergaben sich für die Lamellendicken der Pig/Aug - (001)-Phasen Beträge von ungefähr 140 Å, während die Pig/Aug - Phasen der (100) - Lamelle mit ca. 90 Å bzw. 30 Å wesentlich feiner waren. Eine Auswertung des (100) - Lamellensystems eines zweiten Kristalls erbrachte für die Lamellendicke des Pigeonits einen gleichen Wert, während die Augitphase mit 45 Å deutlich breiter war.

Um die Augitstrukturfaktoren aus der Fehlordnungstheorie zu berechnen, wurde eine Strukturanalyse der Pigeonitphase durchgeführt. Die Ergebnisse deckten sich mit denen von anderen Autoren. Ein Vergleich der ermittelten Beträge der Augitstrukturfaktoren mit denen aus der Literatur zeigten eine unter Berücksichtigung der experimentellen Schwierigkeiten befriedigende Übereinstimmung. Nicht geklärt werden konnte dagegen die Vorzeichenumkehr der Streuphasen bei einigen Reflexen.

Um das Ausscheidungsverhalten zu verstehen, wurden verschiedene Modelle diskutiert. Aus den hier gewonnenen und in der Literatur zitierten Ergebnissen, wurde auf folgende Entstehungsmechanismen geschlossen:

a) Die beiden (100) - und (001) - Lamellensysteme sind voneinander unabhängig.

b) Das (100) - Lamellensystem wurde aufgrund eines spinodalen Entstehungsmechanismus gebildet, während für die (001) - Lamellensysteme verschiedene Entstehungsursachen verantwortlich sein können.

c1) Das (100) - Lamellensystem entstand entweder als letztes aus der Tiefpigeonitphase oder

c2) bleibt als Relikt eines zuerst ausgeschiedenen Lamellensystems übrig.

d) Die (001) - Lamellensysteme werden oberhalb der kritischen Temperatur aus der Hochpigeonitphase gebildet, wobei es je nach Entmischungsart der (100) - Lamelle zu verschiedenen Wiederaufheizungen des Gesteins kommen kann.

Prinzipiell zeigen die Messungen, daß die eindimensionale Fehlordnungstheorie auf das komplizierte Lamellensystem der Pyroxene mit Erfolg anzuwenden ist, und zur Klärung von Entstehungsmechanismen beitragen kann.

Anhang A

Berechnung des mittleren Streuwerts $\overline{F\,F_m^*}$

Die a-posteriori Wahrscheinlichkeiten $P_{ik}^{(m)}$ lassen sich nach (2.12) folgendermaßen darstellen:

$$P_{ik}^{(m)} = \sum_j c_{ik}^{(j)} \lambda_j^m$$

Für m = 0 gilt

$$P_{11}^{(0)} = c_{11}^{(1)} + c_{11}^{(2)} = 1 \quad ,$$

$$P_{12}^{(0)} = c_{12}^{(1)} + c_{12}^{(2)} = 0 \quad ,$$

$$P_{21}^{(0)} = c_{21}^{(1)} + c_{21}^{(2)} = 0 \quad ,$$

$$P_{22}^{(0)} = c_{22}^{(1)} + c_{22}^{(2)} = 1 \quad .$$

Für m = 1 gilt unter Berücksichtigung der Definitionen von α_1 und α_2

$$P_{11}^{(1)} = c_{11}^{(1)} \lambda_1 + c_{11}^{(2)} \lambda_2 = (1-\alpha_1)\, e^{-i\varphi} \quad ,$$

$$P_{12}^{(1)} = c_{12}^{(1)} \lambda_1 + c_{12}^{(2)} \lambda_2 = \alpha_1\, e^{-i\varphi} \quad ,$$

$$P_{21}^{(1)} = c_{21}^{(1)} \lambda_1 + c_{21}^{(2)} \lambda_2 = \alpha_2\, e^{+i\varphi} \quad ,$$

$$P_{22}^{(1)} = c_{22}^{(1)} \lambda_1 + c_{22}^{(2)} \lambda_2 = (1-\alpha_2)\, e^{+i\varphi} \quad .$$

Daraus ergeben sich die $c_{ik}^{(j)}$ zu

$$c_{11}^{(1)} = \frac{\lambda_2 - (1-\alpha_1)\, e^{-i\varphi}}{\lambda_2 - \lambda_1} \qquad c_{11}^{(2)} = \frac{(1-\alpha_1)\, e^{-i\varphi} - \lambda_1}{\lambda_2 - \lambda_1}$$

$$c_{12}^{(1)} = -\frac{\alpha_1\, e^{-i\varphi}}{\lambda_2 - \lambda_1} \qquad c_{12}^{(2)} = \frac{\alpha_1\, e^{-i\varphi}}{\lambda_2 - \lambda_1}$$

$$c_{21}^{(1)} = -\frac{\alpha_2\, e^{+i\varphi}}{\lambda_2 - \lambda_1} \qquad c_{21}^{(2)} = \frac{\alpha_2\, e^{-i\varphi}}{\lambda_2 - \lambda_1}$$

$$C_{22}^{(1)} = \frac{\lambda_2 - (1-\alpha_2)\, e^{+i\varphi}}{\lambda_2 - \lambda_1} \qquad C_{22}^{(2)} = \frac{(1-\alpha_2)\, e^{+i\varphi} - \lambda_1}{\lambda_2 - \lambda_1} \quad .$$

Die a-priori Wahrscheinlichkeiten für die beiden Lamellen lauten

$$p_1 = \frac{\alpha_2}{\alpha_1 + \alpha_2} \quad \text{und} \quad p_2 = \frac{\alpha_1}{\alpha_1 + \alpha_2} \quad .$$

Damit wird der mittlere Streuwert

$$\overline{F \cdot F^*}_m = \sum_{i,k} p_i \cdot p_{ik}^{(m)} \cdot F_i \cdot F_k^* =$$

$$= \lambda_1^m \cdot (p_1 \cdot C_{11}^{(1)} \cdot |F_1|^2 + p_1 \cdot C_{12}^{(1)} \cdot F_1 F_2^* + p_2 \cdot C_{21}^{(1)} \cdot F_2 F_1^* + p_2 \cdot C_{22}^{(1)} \cdot |F_2|^2$$

$$+ \lambda_2^m \, (p_1 \cdot C_{11}^{(2)} \cdot |F_1|^2 + p_1 \cdot C_{12}^{(2)} \cdot F_1 F_2^* + p_2 \cdot C_{21}^{(2)} \cdot F_2 F_1^* + p_2 \cdot C_{22}^{(2)} \cdot |F_2|^2$$

$$= Z \cdot \lambda_1^m + (R - Z) \cdot \lambda_2^m$$

mit $Z = p_1 \cdot C_{11}^{(1)} \cdot |F_1|^2 + p_1 \cdot C_{12}^{(1)} \cdot F_1 F_2^* + p_2 \cdot C_{21}^{(1)} \cdot F_2 F_1^* + p_2 \cdot C_{22}^{(1)} \cdot |F_2|^2$

und $R = p_1 \cdot |F_1|^2 + p_2 |F_2|^2$.

Mit $K_1' = Z$ und $K_2' = R - Z$ wird $\overline{F \cdot F^*}_m = \sum_{j=1}^{2} K_j' \cdot \lambda_j^m$.

Beachtet man noch, daß $Z = J - iK$ ist, so wird

$$\overline{F \cdot F^*}_m = (J - iK)\, \lambda_1^m + (R - J + iK)\, \lambda_2^m \, .$$

Die in der Intensitätsgleichung (2.32) eingeführten J_j und K_j sind dann

$$J_1 = J \quad , \quad J_2 = R - J$$

$$K_1 = -K \quad , \quad K_2 = K \quad .$$

Berechnung der Intensitätsgleichung

Der Realteil von I(hkl) ist

$$I^r(hkl) = R\cdot\sum_{j=1}^{2}\sum_{m}(N_1-|m|)\cdot J_j\cdot|\lambda_j|^m\cdot\cos(2\pi m(h+\emptyset_j)),$$

der Imaginärteil lautet

$$I^i(hkl) = -R\cdot\sum_{j=1}^{2}\sum_{m}(N_1-|m|)\cdot K_j\cdot|\lambda_j|^m\cdot\sin(2\pi m(h+\emptyset_j)) .$$

Da die Anzahl der Zellen in Richtung a sehr viel größer sind als $1/(1-|\lambda|)$, lassen sich die kombinierten arithmetisch-geometrischen Reihen in guter Näherung folgendermaßen schreiben

$$I^r(hkl) = R\cdot\sum_{j=1}^{2}J_j\cdot N_1\cdot(1+2\cdot|\lambda_j|\cdot\cos(2\pi(h+\emptyset_j)) + 2\cdot|\lambda_j|^2\cdot\cos(4\pi(h+\emptyset_j))+ + \ldots\ldots\ldots\ldots) =$$

$$= R\cdot\sum_{j=1}^{2}(2\cdot J_j\cdot N_1\cdot(1 + |\lambda_j|\cdot\cos(2\pi(h+\emptyset_j))+ + |\lambda_j|^2\cdot\cos(4\pi(h+\emptyset_j)) + \ldots\ldots) - J_j\cdot N_1)$$

bzw.

$$I^i(hkl) = -R\sum_{j=1}^{2}2\cdot K_j\cdot N_1\,(|\lambda_j|\sin(2\pi(h+\emptyset_j)) + |\lambda_j|^2\sin(4\pi(h+\emptyset_j)) + + \ldots\ldots\ldots\ldots) =$$

$$= -R\sum_{j=1}^{2}2\cdot K_j\cdot N_1\cdot|\lambda_j|\cdot\sin(2\pi(h+\emptyset_j))\cdot\left[1 + |\lambda_j|\cdot\frac{\sin(4\pi(h+\emptyset_j))}{\sin(2\pi(h+\emptyset_j))} + + |\lambda_j|^2\cdot\frac{\sin(6\pi(h+\emptyset_j))}{\sin(2\pi(h+\emptyset_j))} + \ldots\ldots\ldots\right]$$

Die Lösung einer Reihe

$$1 + x\cdot\cos(y) + x^2\cdot\cos(2y) + \ldots\ldots\ldots$$

ergibt sich aber zu

$$\frac{1 - x\cdot\cos(y)}{1-2x\cos(y) + x^2} .$$

Damit wird

$$I^r(hkl) = R \sum_{j=1}^{2} 2\cdot J_j\cdot N_1 \cdot \frac{1 - |\lambda_j|\cdot\cos(2\pi(h+\phi_j))}{1-2|\lambda_j|\cos(2\pi(h+\phi_j))+|\lambda_j|^2} - J_j\cdot N_1 =$$

$$= R \sum_{j=1}^{2} J_j\cdot N_1 \frac{1 - |\lambda_j|^2}{1 - 2|\lambda_j|\cdot\cos(2\pi(h+\phi_j)) + |\lambda_j|^2} \quad \text{und}$$

$$I^i(hkl) = -R \sum_{j=1}^{2} 2\cdot K_j\cdot|\lambda_j|\cdot N_1 \cdot \frac{\sin(2\pi(h+\phi_j))}{1 - 2|\lambda_j|\cdot\cos(2\pi(h+\phi_j)) + |\lambda_j|^2} +$$

$$+ 2\cdot N_1\cdot K_j\cdot|\lambda_j|^2 \cdot \frac{\sin(2\pi(h+\phi_j))\cdot\cos(2\pi(h+\phi_j))}{1 - 2|\lambda_j|\cdot\cos(2\pi(h+\phi_j)) + |\lambda_j|^2} .$$

Das zweite Glied in der eckigen Klammer kann vernachlässigt werden. Damit ist die in (2.32) beschriebene Intensitätsgleichung abgeleitet.

OBSERVED AND CALCULATED STRUCTURE FACTORS FOR PIGEONIT 14053.63P4'A03 MOKA PIGE PAGE 1

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
2	1	0	6	5	10	5	0	17	17	3	10	0	2	0	13	14	0	6	-3	13	2	1	4	-4
4	1	0	3	-3	12	5	0	3	0	5	10	0	2	-2	2	15	0	5	3	15	2	1	5	-4
6	1	0	2	-1	14	5	0	7	7	7	10	0	4	-1	4	15	0	7	-7	-12	3	1	35	33
8	1	0	4	-4	1	6	0	11	-11	9	10	0	5	-5	6	15	0	5	-3	-10	3	1	10	-10
10	1	0	9	-9	3	6	0	11	11	11	10	0	5	3	8	15	0	6	-5	-8	3	1	25	25
12	1	0	12	-12	5	6	0	8	9	13	10	0	4	2	10	15	0	5	5	-6	3	1	7	-6
14	1	0	5	-3	7	6	0	17	17	15	10	0	9	9	12	15	0	8	-9	-4	3	1	40	41
1	2	0	3	-3	9	6	0	8	-9	2	11	0	11	12	-14	1	1	19	-18	-2	3	1	52	-51
3	2	0	11	11	11	6	0	3	3	4	11	0	3	-2	-10	1	1	20	-19	0	3	1	33	-32
5	2	0	17	-17	13	6	0	10	-10	6	11	0	4	-1	-8	1	1	15	15	2	3	1	12	-12
7	2	0	5	4	15	6	0	6	3	8	11	0	7	-6	-6	1	1	25	-26	4	3	1	24	24
9	2	0	10	-11	2	7	0	24	24	10	11	0	17	18	-4	1	1	10	10	6	3	1	4	3
11	2	0	12	12	4	7	0	2	2	12	11	0	4	2	-2	1	1	3	-3	8	3	1	13	-13
13	2	0	10	-11	6	7	0	3	-3	14	11	0	8	8	0	1	1	22	23	10	3	1	3	-3
15	2	0	11	11	8	7	0	12	-12	1	12	0	3	4	2	1	1	9	9	12	3	1	7	-7
2	3	0	15	15	10	7	0	4	4	3	12	0	4	-3	4	1	1	3	-2	14	3	1	5	5
4	3	0	3	-3	12	7	0	10	-10	5	12	0	4	-3	6	1	1	2	-1	-15	4	1	6	4
6	3	0	4	-4	14	7	0	3	2	7	12	0	8	8	8	1	1	9	-9	-13	4	1	6	5
8	3	0	7	-7	1	8	0	15	15	9	12	0	7	6	10	1	1	17	17	-11	4	1	5	-5
10	3	0	4	4	3	8	0	2	-1	11	12	0	4	1	12	1	1	3	-3	-9	4	1	2	0
12	3	0	4	-3	5	8	0	18	-18	13	12	0	7	-6	14	1	1	5	3	-7	4	1	11	-11
14	3	0	5	3	7	8	0	4	1	15	12	0	5	-4	-15	2	1	14	-14	-5	4	1	6	-6
1	4	0	6	5	9	8	0	4	1	2	13	0	8	7	-13	2	1	2	2	-3	4	1	26	-26
3	4	0	2	1	11	8	0	7	7	4	13	0	3	-2	-11	2	1	9	-9	-1	4	1	20	-19
5	4	0	24	-25	13	8	0	11	-11	6	13	0	5	5	-9	2	1	10	10	1	4	1	20	19
7	4	0	2	1	15	8	0	5	2	8	13	0	4	-2	-7	2	1	4	4	3	4	1	24	24
9	4	0	3	-3	2	9	0	4	-3	10	13	0	6	5	-5	2	1	31	32	5	4	1	1	1
11	4	0	15	15	4	9	0	13	-13	12	13	0	11	-13	-3	2	1	10	10	7	4	1	20	-20
13	4	0	9	-9	6	9	0	3	3	14	13	0	4	2	-1	2	1	19	19	9	4	1	4	2
15	4	0	9	9	8	9	0	4	-3	1	14	0	7	7	1	2	1	16	-16	11	4	1	1	3
2	5	0	5	-4	10	9	0	5	5	3	14	0	4	0	3	2	1	8	-9	13	4	1	8	8
4	5	0	10	-10	12	9	0	14	-14	5	14	0	4	-3	5	2	1	4	-4	15	4	1	4	-3
6	5	0	10	10	14	9	0	5	4	9	14	0	4	0	7	2	1	8	8	-14	5	1	19	-18
8	5	0	4	4	1	10	0	8	-8	11	14	0	5	-4	11	2	1	5	-4	-12	5	1	3	2

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-10	5	1	8	-8	0	7	1	6	-7	10	9	1	3	5	-15	12	1	7	-6	3	14	1	7	6
-8	5	1	19	18	2	7	1	9	8	12	9	1	5	-6	-13	12	1	11	10	5	14	1	1	0
-6	5	1	22	-22	4	7	1	14	15	14	9	1	4	-5	-11	12	1	6	-2	7	14	1	3	-4
-4	5	1	3	0	6	7	1	7	8	-15	10	1	6	-5	-9	12	1	4	6	9	14	1	3	1
0	5	1	34	33	8	7	1	9	-11	-13	10	1	14	15	-7	12	1	9	-9	11	14	1	3	-2
2	5	1	4	5	10	7	1	5	4	-11	10	1	3	-5	-5	12	1	4	3	-12	15	1	6	5
4	5	1	15	-16	14	7	1	7	7	-9	10	1	3	-3	-3	12	1	10	-10	-10	15	1	6	3
6	5	1	12	-12	-15	8	1	15	-16	-7	10	1	23	-24	-1	12	1	5	-5	-8	15	1	8	5
8	5	1	3	-2	-13	8	1	3	2	-5	10	1	6	7	3	12	1	4	2	-6	15	1	5	4
10	5	1	17	17	-11	8	1	19	-19	-3	10	1	4	0	5	12	1	2	-1	-4	15	1	5	-6
12	5	1	4	-2	-9	8	1	17	18	-1	10	1	5	2	7	12	1	6	-8	-2	15	1	11	-12
14	5	1	4	-2	-7	8	1	10	10	1	10	1	3	-4	9	12	1	12	10	0	15	1	2	-1
-15	6	1	7	-6	-5	8	1	31	31	3	10	1	5	5	11	12	1	2	2	2	15	1	6	5
-13	6	1	16	16	-3	8	1	17	-17	5	10	1	4	6	13	12	1	5	5	4	15	1	4	2
-11	6	1	4	3	-1	8	1	3	2	7	10	1	5	-4	-14	13	1	5	-1	6	15	1	4	-5
-7	6	1	22	-23	1	8	1	5	5	9	10	1	2	3	-12	13	1	8	-8	8	15	1	5	2
-5	6	1	8	8	3	8	1	15	15	11	10	1	8	-8	-10	13	1	6	-6	10	15	1	2	0
-3	6	1	8	9	5	8	1	8	-8	13	10	1	5	3	-8	13	1	6	-7	-15	0	2	9	-7
-1	6	1	3	1	7	8	1	11	-12	15	10	1	6	-1	-6	13	1	5	-2	-13	0	2	42	40
1	6	1	18	-18	9	8	1	4	4	-14	11	1	5	-3	-4	13	1	2	-2	-11	0	2	12	-12
3	6	1	11	-11	11	8	1	2	3	-12	11	1	4	-3	-2	13	1	6	6	-9	0	2	6	4
5	6	1	6	7	13	8	1	4	3	-10	11	1	10	-9	0	13	1	8	5	-7	0	2	90	-91
7	6	1	3	4	15	8	1	11	-12	-8	11	1	9	9	2	13	1	4	4	-5	0	2	23	24
9	6	1	9	10	-14	9	1	3	-2	-6	11	1	5	6	6	13	1	4	2	-3	0	2	6	-6
11	6	1	7	-7	-12	9	1	21	21	-4	11	1	8	7	10	13	1	5	4	-1	0	2	28	28
13	6	1	4	1	-10	9	1	6	6	-2	11	1	7	-8	12	13	1	3	-1	1	0	2	68	-69
15	6	1	4	-2	-8	9	1	14	15	0	11	1	2	2	-13	14	1	7	8	3	0	2	29	30
-14	7	1	3	-5	-6	9	1	10	-11	2	11	1	2	2	-11	14	1	11	-13	5	0	2	17	17
-12	7	1	8	-7	-2	9	1	16	-16	4	11	1	4	1	-9	14	1	7	7	7	0	2	17	17
-10	7	1	23	-23	0	9	1	5	5	6	11	1	9	-9	-7	14	1	3	1	9	0	2	9	-8
-8	7	1	3	-2	2	9	1	5	-4	8	11	1	6	-5	-5	14	1	22	23	13	0	2	6	3
-6	7	1	2	-1	4	9	1	2	-3	10	11	1	4	2	-3	14	1	5	-3	15	0	2	3	0
-4	7	1	15	15	6	9	1	4	-6	12	11	1	4	4	-1	14	1	4	-1	-14	1	2	9	-10
-2	7	1	6	-6	8	9	1	5	4	14	11	1	4	2	1	14	1	6	-6	-12	1	2	21	-20

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-10	1	2	29	-28	-4	3	2	15	-14	4	5	2	5	-4	12	7	2	8	8	-10	1	3	31	31
-8	1	2	10	-10	-2	3	2	16	15	6	5	2	9	9	14	7	2	5	-5	-8	1	3	9	-8
-6	1	2	2	0	0	3	2	14	14	8	5	2	5	-4	-15	8	2	11	-10	-6	1	3	22	22
-4	1	2	33	33	2	3	2	5	5	10	5	2	2	1	-13	8	2	7	6	-4	1	3	33	-33
-2	1	2	7	7	4	3	2	6	-6	12	5	2	4	0	-11	8	2	7	-7	-2	1	3	8	8
0	1	2	3	2	6	3	2	6	-6	14	5	2	1	1	-9	8	2	17	18	0	1	3	33	-33
2	1	2	3	0	8	3	2	6	6	-15	6	2	4	-1	-7	8	2	5	-5	2	1	3	3	-4
4	1	2	26	27	10	3	2	4	3	-13	6	2	26	25	-5	8	2	13	12	4	1	3	6	-6
6	1	2	3	-2	14	3	2	6	-7	-11	6	2	14	-15	-3	8	2	13	-13	6	1	3	9	10
8	1	2	7	-7	-15	4	2	16	-15	-9	6	2	4	2	-1	8	2	9	8	8	1	3	1	1
10	1	2	11	-11	-13	4	2	6	6	-7	6	2	47	-47	1	8	2	10	-10	-9	2	3	39	-38
12	1	2	7	6	-11	4	2	12	-12	-5	6	2	12	12	3	8	2	3	2	-7	2	3	23	-23
14	1	2	4	2	-9	4	2	17	18	-3	6	2	31	-30	5	8	2	8	-8	-5	2	3	42	-42
-15	2	2	14	-14	-7	4	2	5	-5	-1	6	2	6	3	7	8	2	2	-1	-3	2	3	15	15
-13	2	2	3	3	-5	4	2	29	29	1	6	2	23	-21	9	8	2	3	3	-1	2	3	30	-30
-11	2	2	24	-24	-3	4	2	12	12	3	6	2	38	37	-10	9	2	6	7	1	2	3	20	20
-9	2	2	32	32	-1	4	2	22	21	5	6	2	9	9	-8	9	2	21	-22	3	2	3	6	7
-7	2	2	7	7	1	4	2	21	-20	7	6	2	3	2	-6	9	2	3	-3	5	2	3	28	29
-5	2	2	32	32	3	4	2	10	-11	9	6	2	10	-10	-2	9	2	17	16	7	2	3	3	-1
-3	2	2	37	-37	5	4	2	3	1	11	6	2	6	4	0	9	2	3	-4	9	2	3	7	7
-1	2	2	6	5	7	4	2	5	-4	13	6	2	6	5	4	9	2	5	6	-10	3	3	12	12
1	2	2	4	-4	9	4	2	3	0	15	6	2	7	-2	6	9	2	5	3	-8	3	3	58	-59
3	2	2	19	19	11	4	2	7	-6	-14	7	2	8	-6	8	9	2	5	5	-6	3	3	23	23
5	2	2	6	-7	13	4	2	7	5	-12	7	2	23	-23	10	9	2	2	-4	-4	3	3	11	-10
7	2	2	17	-17	15	4	2	8	-7	-10	7	2	4	0	-9	10	2	2	0	-2	3	3	94	94
9	2	2	2	-1	-14	5	2	27	26	-8	7	2	13	-13	-7	10	2	12	12	0	3	3	23	-23
11	2	2	5	6	-12	5	2	12	10	-6	7	2	7	7	-5	10	2	21	21	2	3	3	24	25
13	2	2	11	11	-10	5	2	27	27	-4	7	2	3	0	-3	10	2	12	12	4	3	3	8	-8
15	2	2	14	-11	-8	5	2	14	-14	-2	7	2	20	19	-1	10	2	3	-3	6	3	3	24	23
-14	3	2	3	-3	-6	5	2	32	32	0	7	2	7	6	1	10	2	5	-6	8	3	3	25	-25
-12	3	2	3	-4	-4	5	2	14	-14	2	7	2	13	12	3	10	2	2	-2	10	3	3	9	-9
-10	3	2	11	11	-2	5	2	7	-7	4	7	2	3	4	5	10	2	4	3	-9	4	3	19	18
-8	3	2	7	-7	0	5	2	55	-53	6	7	2	16	-10	7	10	2	6	-7	-7	4	3	34	34
-6	3	2	9	-9	2	5	2	3	4	8	7	2	5	-5	9	10	2	6	-5	-5	4	3	17	17

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-3	4	3	10	9	4	7	3	2	2	-9	0	4	12	-12	0	3	4	10	10	7	6	4	12	-13
-1	4	3	4	3	6	7	3	6	4	-7	0	4	67	68	2	3	4	14	-14	9	6	4	6	6
1	4	3	9	-9	8	7	3	4	0	-5	0	4	24	-23	4	3	4	10	-10	-10	7	4	7	6
3	4	3	12	-11	10	7	3	4	-3	-3	0	4	94	95	8	3	4	7	7	-8	7	4	22	22
5	4	3	14	-15	-9	8	3	34	-35	-1	0	4	22	-21	10	3	4	2	3	-6	7	4	10	-10
7	4	3	4	-5	-7	8	3	7	-7	1	0	4	3	-2	-9	4	4	32	-32	-4	7	4	9	-9
9	4	3	6	-6	-5	8	3	44	-44	3	0	4	79	-79	-7	4	4	13	-13	-2	7	4	28	-28
-10	5	3	26	26	-3	8	3	14	13	5	0	4	20	20	-5	4	4	29	-29	0	7	4	7	-8
-8	5	3	13	-13	-1	8	3	30	-29	7	0	4	7	-8	-3	4	4	12	11	2	7	4	15	-14
-6	5	3	13	13	1	8	3	24	23	-10	1	4	14	14	-1	4	4	13	-12	4	7	4	2	2
-4	5	3	30	-30	3	8	3	5	4	-8	1	4	17	18	1	4	4	5	5	6	7	4	7	6
-2	5	3	14	13	5	8	3	24	24	-6	1	4	34	34	3	4	4	2	-1	8	7	4	7	8
0	5	3	23	-22	7	8	3	7	-7	-4	1	4	33	-34	5	4	4	24	23	10	7	4	6	5
2	5	3	6	5	9	8	3	7	6	-2	1	4	44	-44	7	4	4	14	13	-9	8	4	16	-16
4	5	3	7	-7	-10	9	3	4	4	0	1	4	43	-44	9	4	4	3	-2	-7	8	4	6	6
6	5	3	11	11	-8	9	3	32	-33	2	1	4	8	7	-10	5	4	39	-39	-5	8	4	24	-23
8	5	3	1	-1	-6	9	3	5	4	6	1	4	12	12	-8	5	4	4	3	-3	8	4	14	14
-9	6	3	6	-6	-2	9	3	50	50	8	1	4	1	-2	-6	5	4	30	-30	-1	8	4	8	-7
-7	6	3	6	5	0	9	3	3	-2	10	1	4	10	10	-4	5	4	54	53	1	8	4	16	16
-5	6	3	4	-3	2	9	3	9	10	-9	2	4	18	-18	-2	5	4	7	6	3	8	4	8	-8
-3	6	3	24	23	4	9	3	6	-7	-7	2	4	14	14	0	5	4	39	38	5	8	4	13	13
-1	6	3	2	1	6	9	3	12	12	-5	2	4	52	-53	2	5	4	8	-8	7	8	4	4	-3
1	6	3	3	-4	8	9	3	13	-13	-3	2	4	3	0	4	5	4	30	30	9	8	4	4	1
3	6	3	7	-7	10	9	3	6	-5	-1	2	4	12	-12	6	5	4	16	-15	-8	9	4	15	15
5	6	3	3	2	-9	10	3	2	-2	1	2	4	38	39	8	5	4	8	-8	-6	9	4	13	-13
7	6	3	3	1	-7	10	3	25	25	3	2	4	4	-4	10	5	4	17	-17	-4	9	4	4	3
9	6	3	5	-6	-5	10	3	5	3	5	2	4	11	11	-9	6	4	9	8	-2	9	4	5	-6
-10	7	3	15	16	-3	10	3	21	20	7	2	4	2	-3	-7	6	4	57	57	0	9	4	3	2
-8	7	3	5	4	-1	10	3	14	-14	9	2	4	5	4	-5	6	4	20	-20	2	9	4	15	-15
-6	7	3	14	14	1	10	3	7	-7	-10	3	4	8	8	-3	6	4	50	49	4	9	4	6	-3
-4	7	3	11	-10	3	10	3	11	-12	-8	3	4	6	6	-1	6	4	11	-11	6	9	4	4	1
-2	7	3	13	-13	5	10	3	2	4	-6	3	4	19	-19	1	6	4	11	10	8	9	4	4	2
0	7	3	26	-25	7	10	3	6	-4	-4	3	4	1	0	3	6	4	54	-54	10	9	4	4	3
2	7	3	10	-10	9	10	3	5	-5	-2	3	4	8	8	5	6	4	4	3	-9	10	4	14	-14

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-7	10	4	20	-21	-8	3	5	65	66	-9	6	5	10	11	-4	9	5	[illegible]	-8	-6	1	6	6	5
-5	10	4	13	-13	-6	3	5	46	-45	-7	6	5	10	-11	-2	9	5	41	-42	-4	1	6	37	37
-3	10	4	5	-6	-4	3	5	4	-1	-5	6	5	6	-6	0	9	5	6	7	-2	1	6	6	7
-1	10	4	3	-2	-2	3	5	68	-68	-3	6	5	15	-16	2	9	5	27	-28	0	1	6	24	23
1	10	4	1	-2	0	3	5	27	27	-1	6	5	10	10	4	9	5	4	6	2	1	6	13	13
3	10	4	9	9	2	3	5	54	-53	1	6	5	3	0	6	9	5	5	-1	4	1	6	15	15
5	10	4	12	12	4	3	5	7	7	3	6	5	6	4	8	9	5	25	26	6	1	6	20	-20
7	10	4	11	12	6	3	5	6	-6	5	6	5	4	-2	10	9	5	4	-4	8	1	6	13	-13
9	10	4	4	-2	8	3	5	42	41	7	6	5	5	4	-9	10	5	4	1	10	1	6	11	-11
-10	1	5	29	-29	10	3	5	5	-5	-10	7	5	15	-15	-7	10	5	20	-21	-9	2	6	34	34
-8	1	5	12	12	-9	4	5	27	-26	-8	7	5	7	-7	-5	10	5	3	1	-7	2	6	4	1
-6	1	5	18	-18	-7	4	5	23	-23	-6	7	5	11	-11	-3	10	5	24	-24	-5	2	6	25	24
-4	1	5	27	27	-5	4	5	14	-14	-4	7	5	16	16	-1	10	5	11	11	-3	2	6	22	-22
-2	1	5	2	0	-3	4	5	16	-16	-2	7	5	20	20	1	10	5	5	3	-1	2	6	22	22
0	1	5	38	38	-1	4	5	7	-6	0	7	5	25	25	3	10	5	21	22	1	2	6	13	-13
2	1	5	5	-4	1	4	5	14	14	2	7	5	4	3	5	10	5	2	2	5	2	6	29	-29
4	1	5	6	6	3	4	5	21	21	6	7	5	5	-3	7	10	5	5	6	7	2	6	7	5
6	1	5	10	-11	5	4	5	18	17	10	7	5	6	-7	9	10	5	4	-5	9	2	6	5	1
8	1	5	3	2	7	4	5	5	5	-9	8	5	44	46	-9	0	6	2	0	-10	3	6	4	3
10	1	5	10	-10	9	4	5	2	1	-7	8	5	6	-7	-7	0	6	55	-55	-8	3	6	9	-9
-9	2	5	50	50	-10	5	5	24	-24	-5	8	5	41	42	-5	0	6	20	21	-6	3	6	1	0
-7	2	5	8	6	-8	5	5	20	20	-3	8	5	5	-3	-3	0	6	73	-72	-4	3	6	2	-2
-5	2	5	37	37	-6	5	5	14	-14	-1	8	5	33	34	-1	0	6	35	35	-2	3	6	13	12
-3	2	5	4	2	-4	5	5	22	22	1	8	5	43	-43	1	0	6	5	-4	2	3	6	5	0
-1	2	5	32	31	-2	5	5	11	-11	3	8	5	7	-7	3	0	6	53	53	4	3	6	4	-5
1	2	5	37	-37	0	5	5	30	31	5	8	5	22	-23	5	0	6	15	-15	6	3	6	5	4
3	2	5	14	-14	2	5	5	9	-9	7	8	5	11	11	7	0	6	31	32	8	3	6	4	2
5	2	5	28	-27	4	5	5	8	8	9	8	5	16	-16	9	0	6	5	-8	10	3	6	6	-2
7	2	5	5	4	6	5	5	14	-13	-10	9	5	5	-1	-10	1	6	36	-35	-9	4	6	21	21
9	2	5	11	-11	8	5	5	2	4	-8	9	5	38	38	-8	1	6	8	-7	-7	4	6	12	11
-10	3	5	6	-6	10	5	5	10	-10	-6	9	5	18	-18										

Anhang C

Im Beispiel 1 wird stellvertretend für die Sammlung, Reduktion und Auswertung von Meßdaten der Reflexe der P1 - A1 - Phase des Kristalls K1 die Reflexgruppe (004) gewählt. In Abb.C1 wird ein vergrößerter Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme von (004) gezeigt. Der eingerahmte Bereich entspricht ungefähr dem photometriertem Feld, dessen Schwärzungs - Rohdaten in Abb.C2 aufgeführt sind. Nachdem diese mit Hilfe eines Eichkeils auf Intensitätswerte umgerechnet wurden, fand eine Korrektur mit dem Lorentz- und Polarisationsfaktor statt. Die korrigierten Intensitätswerte findet man in Abb.C3. Anschließend wird der optimale Verlauf des eindimensionalen Profils der Reflexgruppe festgelegt, in eine Datei gespeichert und ein Plot dieses Linienprofils ausgegeben, aus dem die Startparameter für die weiteren Fits entnommen werden können (Abb.C4).

Um die willkürlichen Skalierungseinheiten (in diesem Beispiel 1 - 100, was der Anzahl der photometrierten Meßpunkte entspricht) in Einheiten im reziproken Raum umzurechnen, wird das Profil zwischen zwei benachbarten Pigeonit-Reflexen mit dem zugehörigen Augitreflex gemessen und aus den Linienlagen die Phasenverschiebung

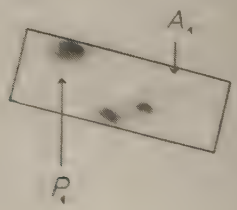


Abb.C1: Vergrößerter Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme des Kristalls K1, (h0l), CuK_{α_1}, Reflexgruppe (004)

[illegible] - SUMMIERUNGEN

60	54	[illegible]	64	56	60	[illegible]	52	59	[illegible]	[illegible]	[illegible]	54	[illegible]	[illegible]	[illegible]	50	54	57	54	52	54	56	54	54
54	[illegible]	56	66	58	[illegible]	40	[illegible]	54	54	54	[illegible]	[illegible]	54	[illegible]	50	57	57	51	61	58	51	48	52	57
46	[illegible]	[illegible]	[illegible]	57	58	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	54	[illegible]	50	[illegible]	52	56	52	49	[illegible]	[illegible]	[illegible]
49	47	52	58	61	60	52	50	59	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	54	[illegible]	54	[illegible]	54	48	50	52	54	56	58
53	45	46	50	61	62	57	45	60	[illegible]	61	61	[illegible]	[illegible]	50	53	61	19	53	64	65	54	56	54	[illegible]
54	52	52	56	58	56	50	50	56	56	60	60	61	51	[illegible]	54	54	56	52	52	58	58	57	53	54
58	61	56	53	58	61	58	[illegible]	61	54	61	61	48	[illegible]	[illegible]	[illegible]	55	56	54	50	54	64	61	57	59
69	72	68	53	50	52	58	58	[illegible]	[illegible]	56	56	51	51	[illegible]	48	58	58	49	63	64	58	53	63	63
52	66	66	58	61	58	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	52	52	[illegible]	50	60	[illegible]	63	65	62	63	58	52	54	46	52
58	54	60	56	54	52	52	[illegible]	[illegible]	58	[illegible]	52	54	54	60	[illegible]	65	62	51	54	61	61	50	57	54
52	68	54	52	68	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	54	[illegible]	50	[illegible]	57	52	61	62	61	62	52	63	62
56	54	58	61	66	63	57	56	[illegible]	54	58	54	[illegible]	[illegible]	62	[illegible]	62	58	54	50	66	61	56	54	61
50	58	60	66	60	50	[illegible]	58	58	56	51	58	58	56	56	[illegible]	60	[illegible]	54	52	58	52	52	42	52
52	57	66	57	58	58	51	50	62	52	54	51	58	61	54	52	54	52	47	50	49	48	61	62	62
61	54	61	60	59	57	59	58	60	58	57	61	54	57	52	55	54	54	61	52	61	62	62	57	[illegible]
53	58	60	68	64	58	56	64	66	52	[illegible]	54	49	51	50	63	[illegible]	62	52	66	64	58	58	58	48
41	58	63	52	61	61	[illegible]	61	58	56	50	63	66	52	52	54	52	52	54	58	58	50	46	56	46
61	53	65	65	58	53	52	55	58	62	68	64	52	[illegible]	55	65	72	58	56	64	58	50	52	53	52
66	55	53	53	63	63	61	57	56	56	58	55	56	60	65	66	62	50	66	66	52	54	52	49	57
54	52	62	63	52	53	56	49	47	50	55	52	57	59	58	61	52	46	57	56	54	54	53	57	62
63	63	48	65	61	50	55	[illegible]	65	52	52	58	54	57	64	63	54	63	53	76	61	55	62	62	63
62	58	61	62	56	50	57	68	68	62	62	58	58	58	61	64	59	52	66	68	54	58	60	53	50
58	64	77	58	56	61	[illegible]	[illegible]	69	[illegible]	61	60	62	56	52	58	54	65	56	[illegible]	58	57	54	63	60
73	65	58	61	62	52	66	62	64	64	65	61	52	57	64	66	62	64	[illegible]	62	62	62	57	60	58
61	60	66	62	61	57	56	52	66	68	65	62	63	65	68	75	[illegible]	58	52	52	50	50	52	54	50
52	53	61	61	66	65	66	69	76	68	58	64	65	61	74	76	66	54	52	61	54	46	50	53	52
57	54	54	61	60	63	64	66	70	74	75	76	73	63	74	78	65	57	52	52	57	58	56	58	59
58	49	72	62	60	62	66	68	70	84	86	74	75	69	62	60	74	66	58	57	62	54	62	53	53
58	57	60	62	64	58	60	66	72	93	98	94	78	78	74	65	[illegible]	78	68	58	61	61	58	63	62
48	53	58	58	66	68	75	90	94	89	98	93	68	72	58	57	56	61	70	70	68	62	58	57	66
50	61	62	50	61	64	66	76	100	114	108	93	82	82	73	70	69	66	61	60	66	61	65	61	58
66	61	53	55	58	68	70	90	120	128	122	105	90	90	77	65	73	69	66	68	69	61	58	60	54
62	53	59	66	56	56	64	90	129	130	126	106	94	93	80	66	64	72	58	65	68	74	56	62	66
57	57	62	64	60	62	74	100	132	154	148	122	97	82	78	74	66	70	80	78	63	72	58	54	54
53	52	61	62	58	63	78	95	132	161	158	136	107	77	67	80	80	100	84	78	66	58	65	63	69
54	58	61	58	65	77	85	114	145	176	161	144	114	98	92	92	101	106	102	82	72	69	65	68	74
54	54	62	66	64	61	66	116	133	170	168	130	114	94	89	90	125	128	112	100	78	82	68	74	58
56	52	64	56	58	58	69	100	139	162	153	138	128	101	84	100	142	174	160	146	116	97	80	72	66
62	57	56	57	66	72	74	100	124	170	173	138	111	108	100	105	137	209	266	246	154	110	84	66	62
62	55	56	66	68	62	66	86	118	160	160	136	114	106	100	104	158	248	416	308	170	129	93	68	84
61	58	69	60	63	64	78	90	121	150	150	118	106	100	98	116	178	322	526	312	170	133	100	77	74
52	52	50	52	58	63	77	108	117	144	126	120	114	96	98	133	212	697	496	270	158	126	97	76	68
46	62	60	53	66	69	78	87	106	117	122	116	117	98	100	144	226	573	553	282	178	132	96	92	86
62	57	56	58	62	60	69	82	104	117	121	107	100	112	109	126	190	304	445	276	174	141	116	105	89
58	64	58	62	64	58	66	80	84	102	104	102	102	101	105	114	154	224	315	281	213	132	130	118	98
60	66	58	60	62	69	65	69	85	91	101	102	106	93	88	113	124	172	226	237	203	162	160	146	114
54	52	50	68	58	54	57	63	74	95	90	106	96	80	101	94	106	107	170	214	197	172	194	190	139
61	60	58	54	68	69	62	72	77	89	93	109	92	82	89	82	90	109	146	209	221	217	272	236	152
54	54	69	58	64	70	72	66	76	80	88	98	86	80	86	88	82	80	117	124	235	236	279	262	200
61	55	50	58	63	66	69	66	77	77	94	98	86	80	74	82	90	101	110	149	209	238	265	280	238
68	69	56	68	69	66	66	82	80	76	86	88	82	74	90	69	70	[illegible]	95	126	186	226	286	365	374
74	61	54	62	65	72	72	72	77	84	85	77	74	72	82	84	86	86	89	118	162	210	302	498	476
66	68	69	69	74	74	69	76	81	80	80	82	85	84	84	74	86	94	89	98	145	[illegible]	272	728	426
70	70	86	73	82	81	73	69	80	77	75	77	78	70	74	88	76	78	65	101	144	226	400	609	365
109	114	90	72	66	68	68	72	74	84	84	80	73	66	80	80	80	84	94	104	154	236	358	482	333
124	118	96	73	68	78	84	77	81	81	78	77	73	80	85	92	92	94	116	154	181	238	306	313	240
116	101	80	74	80	84	74	77	85	92	86	84	72	90	85	82	92	118	130	132	148	188	246	205	141
109	90	84	86	80	80	82	94	86	93	87	76	84	82	68	93	109	138	124	126	144	164	173	124	93
114	100	90	78	78	80	90	85	85	102	84	82	84	86	89	110	110	120	109	108	142	124	98	74	68
106	106	101	85	98	84	88	105	104	101	82	80	78	85	98	113	100	89	101	85	85	84	74	69	66
106	124	132	112	94	92	92	101	101	98	98	95	107	105	109	100	95	98	90	82	67	61	56	56	57
105	118	140	149	136	116	114	117	110	100	92	96	96	93	101	109	95	88	86	68	62	62	63	60	56
90	109	172	198	157	125	124	125	134	120	117	114	106	85	102	98	74	73	74	75	62	50	74	66	61
92	125	197	244	184	144	136	151	148	138	133	116	109	98	86	77	65	56	58	62	55	54	64	66	54
104	145	209	249	210	172	154	178	180	194	197	153	110	96	82	72	72	61	53	52	52	52	56	58	60
116	152	218	282	266	246	217	218	229	250	212	148	101	98	74	66	68	60	57	46	45	62	66	55	50
120	166	242	384	400	356	312	316	382	261	201	138	93	94	74	65	69	65	58	52	56	57	66	52	58
106	142	324	576	589	501	400	310	274	248	200	108	92	78	62	63	64	60	61	65	64	52	61	58	56
101	146	406	760	773	514	380	326	306	284	221	122	82	85	66	61	58	61	58	54	53	62	50	44	52
114	164	456	794	760	520	397	332	310	288	222	122	93	82	69	61	62	63	68	54	54	68	54	45	52
138	274	532	708	706	538	449	386	346	300	178	142	97	70	68	57	54	70	54	52	66	69	61	52	52
149	253	414	642	710	556	425	450	420	360	229	124	90	74	68	68	65	66	68	60	62	66	60	58	52
149	191	338	589	637	479	424	421	429	412	278	146	106	80	68	57	61	61	61	56	58	54	54	52	58
122	153	298	474	464	374	372	364	386	370	305	143	100	80	66	66	68	77	65	62	66	61	57	61	62
98	126	194	293	285	279	280	297	316	317	257	173	105	84	62	56	61	58	58	55	61	54	56	60	49
90	122	124	157	169	175	198	208	226	226	200	142	93	76	62	72	66	53	56	53	50	50	47	53	49
74	84	101	113	130	133	138	146	152	156	146	114	89	74	68	64	68	58	58	58	45	46	57	58	49
69	75	86	97	93	96	101	102	114	122	117	88	64	66	61	60	64	64	66	60	50	53	56	54	48
62	60	62	74	86	80	85	86	92	100	85	68	72	72	57	54	54	57	59	49	46	52	56	61	57
70	66	73	74	75	75	88	82	74	76	70	71	69	61	56	53	63	58	62	52	49	56	57	52	47
66	65	72	64	74	74	68	73	74	77	74	62	70	61	56	60	66	54	58	58	61	58	58	52	48
53	54	58	61	66	68	72	74	69	60	63	61	58	58	53	56	69	60	58	56	64	65	56	53	52
53	54	61	61	57	63	56	50	52	65	74	65	65	62	63	61	61	58	57	60	53	58	61	63	56
66	62	61	61	66	68	66	56	54	56	75	63	61	62	61	58	52	45	53	58	56	60	68	62	58
64	68	54	61	66	65	61	61	54	66	64	61	52	56	55	52	49	53	54	53	58	64	62	58	58
58	58	57	53	53	58	60	73	58	52	50	52	53	60	58	62	66	54	45	47	72	74	56	56	52
64	52	54	62	54	61	66	61	58	52	52	52	[illegible]	56	56	56	58	62	60	52	49	54	60	52	52
52	48	54	60	60	60	52	58	63	59	52	52	54	50	58	58	56	61	59	54	57	56	58	54	47
58	57	52	54	58	56	58	60	54	55	61	58	54	52	56	56	61	57	54	47	52	57	58	57	58
53	54	54	64	58	58	62	57	52	53	50	54	58	57	[illegible]	57	49	52	58	61	53	47	52	54	58
56	50	53	64	56	48	42	50	[illegible]	66	54	57	64	62	52	58	68	[illegible]	52	[illegible]	56	54	65	52	52
58	49	62	64	61	58	68	68	63	58	54	55	50	54	62	58	52	52	58	58	61	63	[illegible]	50	52
70	58	50	52	52	60	60	56	[illegible]	[illegible]	[illegible]	54	61	60	60	62	56	54	64	65	64	61	57	64	54
58	53	52	54	52	42	52	49	46	58	69	68	[illegible]	55	52	52	57	52	52	52	49	54	[illegible]	57	50
42	45	56	58	58	66	66	66	65	[illegible]	60	47	48	54	54	53	53	58	53	53	52	49	56	65	66
56	62	60	58	48	62	62	62	58	44	53	57	50	57	53	53	55	60	52	52	55	54	65	60	66
60	58	56	49	54	69	64	50	45	50	60	56	59	56	58	54	57	48	57	54	50	55	52	55	52
52	57	65	54	61	52	48	50	61	68	57	48	50	58	52	52	56	46	49	52	[illegible]	52	52	56	[illegible]
45	50	50	50	58	58	52	52	[illegible]	57	[illegible]	52	50	52	50	52	50	45	46	47	57	61	57	46	[illegible]
50	56	52	49	52	60	58	[illegible]	54	57	[illegible]	45	[illegible]	54	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	54	[illegible]	48

Abb.C2: Unkorrigierte Schwärzungsrohdaten

DATEN MIT U.P.,L-KORR.,MIT EICHKEIL

109	83	74	125	92	66	74	74	66	95	74	79	83	117	130	128	66	83	95	83	79	83	92	83	83							
83	74	74	138	101	74	60	79	83	83	83	92	79	83	152	101	95	95	79	114	101	79	57	95	95							
48	57	66	117	79	101	101	101	101	117	92	79	60	66	83	117	66	92	74	92	74	60	74	79	95							
60	51	74	101	121	109	74	66	101	66	66	51	128	101	83	79	83	79	63	57	66	74	83	92	101							
79	43	48	66	114	117	79	43	109	101	114	114	101	66	66	101	109	60	79	125	138	83	83	83	92							
83	74	74	92	101	92	66	66	92	101	109	109	114	114	95	83	83	92	74	74	101	101	95	79	83							
101	114	92	79	121	114	101	101	101	114	83	114	114	57	57	117	117	101	92	83	66	83	125	114	95	101						
142	152	138	79	66	74	101	101	74	79	92	92	79	79	92	57	101	101	60	121	125	101	79	121	121							
74	130	130	101	114	101	83	101	101	101	74	74	79	66	109	117	138	120	117	121	101	74	83	48	74							
101	83	109	92	83	74	74	79	101	101	101	74	83	83	109	142	120	117	79	83	114	114	66	95	83							
74	138	83	74	109	138	138	117	117	79	74	121	83	79	66	79	95	74	114	117	114	117	74	121	117							
92	83	101	114	138	121	95	92	109	83	101	83	83	83	117	152	117	101	83	66	138	114	92	83	114							
66	101	109	138	109	66	74	101	101	92	79	101	101	92	79	117	109	117	83	79	101	74	74	29	79							
74	95	138	95	101	101	79	66	117	74	83	79	101	114	83	74	83	74	51	66	60	57	114	117	117							
114	83	114	109	125	95	125	101	109	101	95	114	83	95	74	80	83	83	114	74	114	117	117	95	101							
79	101	109	138	125	101	92	125	138	74	79	83	60	79	66	121	138	117	79	138	125	101	101	101	57							
24	66	121	74	114	114	114	101	92	66	121	138	79	79	83	74	74	83	101	101	66	48	92	48								
114	79	128	128	101	79	74	88	101	117	138	125	74	114	88	128	152	101	92	125	101	66	74	79	74							
138	88	79	79	121	121	114	95	92	92	101	88	92	109	128	138	117	66	138	138	79	83	74	60	95							
83	74	117	121	74	79	92	60	51	66	88	79	95	101	101	114	74	48	95	92	83	83	79	95	117							
121	121	57	128	114	66	88	138	128	74	74	101	83	95	125	121	83	121	79	165	114	88	117	117	121							
117	101	114	117	92	66	95	138	138	117	117	101	101	101	121	125	105	74	138	138	83	101	109	79	66							
101	125	169	101	92	114	121	142	142	121	114	109	117	92	74	101	83	128	92	101	101	95	83	121	109							
154	128	101	114	117	74	138	117	125	125	128	114	79	95	125	138	121	125	95	117	117	95	109	101								
114	109	138	117	114	95	92	79	138	138	128	117	121	128	138	121	125	101	74	66	66	74	83	66								
74	79	114	114	138	128	138	142	165	138	101	125	128	114	158	165	138	83	74	114	83	48	66	79	74							
95	83	83	114	109	121	125	138	145	158	161	165	154	121	158	173	128	95	74	74	95	101	92	101	105							
66	60	152	117	109	117	138	138	145	193	200	158	161	142	117	178	158	138	101	95	117	83	117	79	79							
101	95	109	117	125	101	109	138	152	224	243	226	173	158	128	154	173	138	101	114	114	101	121	117								
57	79	101	101	138	138	161	213	226	210	213	224	178	152	101	95	92	114	145	145	138	117	101	95	130							
66	114	117	66	114	125	138	165	251	316	288	224	185	185	154	145	142	138	114	109	138	114	128	114	101							
138	114	79	98	101	138	145	213	344	381	352	274	213	213	169	128	154	142	138	138	141	114	101	109	83							
117	79	105	138	92	92	125	213	383	389	371	280	226	224	178	138	125	152	101	128	138	158	92	117	170							
95	95	117	125	109	117	158	251	398	499	472	352	237	185	173	158	138	145	178	172	121	152	101	83	83							
79	74	114	117	101	121	173	229	398	531	517	417	283	169	134	178	178	251	192	173	138	101	128	121	14.							
83	101	114	101	128	169	196	316	457	602	531	453	316	243	220	220	255	280	261	165	152	142	128	136	158							
83	83	117	130	125	114	138	325	402	573	564	389	316	226	210	213	265	381	307	251	173	105	138	158	101							
92	74	125	92	101	101	142	251	438	536	494	426	381	255	193	251	445	593	527	46.	325	217	178	151	128							
117	95	92	95	138	152	158	251	362	573	587	426	301	208	251	274	420	756	1038	929	499	299	197	193	170							
117	88	92	138	138	117	138	200	334	527	527	417	316	280	251	270	517	939	1926	1278	57.	36.	224	138	19.							
114	66	142	109	121	125	173	213	347	482	482	334	280	251	243	125	612	1359	2933	1300	57.	402	251	169	158							
74	74	66	74	101	121	169	200	329	453	371	344	316	213	243	402	770	4281	2597	1059	517	371	257	165	138							
48	117	109	79	138	142	173	202	280	329	352	325	329	243	251	453	836	3245	3076	1129	614	398	233	220	20.							
117	95	92	101	117	109	142	185	278	329	347	283	251	307	292	371	667	1254	2171	1094	55.	439	325	274	21.							
101	125	101	117	125	101	138	178	193	261	278	261	255	274	316	499	826	1318	1124	775	398	389	334	243								
101	138	101	101	117	142	128	142	196	217	255	261	200	224	206	311	362	584	836	687	729	536	527	465	316							
83	74	66	138	101	83	95	121	150	213	200	233	178	255	226	280	283	573	781	700	584	686	667	430								
114	109	101	83	138	142	117	152	169	210	224	292	228	185	210	165	213	292	465	756	812	793	1071	884	490							
83	83	142	101	125	145	152	130	165	178	206	243	200	178	200	206	185	178	329	639	878	884	1111	1014	715							
114	88	66	101	121	138	142	138	169	169	226	243	200	178	158	185	213	255	297	476	756	892	1032	1117	892							
138	142	92	138	142	138	138	185	178	165	200	206	185	158	213	142	145	224	229	371	649	836	1151	1605	1656							
158	114	83	117	128	152	152	152	169	193	196	169	158	152	185	193	200	200	210	334	536	760	1244	2615	2429							
138	109	142	142	158	138	142	165	182	178	178	185	196	193	158	200	226	210	243	457	822	1646	454.	2011								
145	145	200	154	185	182	154	142	178	169	161	169	173	145	158	206	173	173	196	255	453	836	1805	7545	1605							
292	316	213	152	138	138	138	152	158	193	192	178	154	130	178	178	178	193	226	278	499	884	1565	2481	1421							
362	334	233	154	138	173	193	169	182	182	173	169	154	178	196	220	220	226	325	499	624	892	1267	1306	902							
325	255	178	150	178	193	158	169	196	220	200	193	152	213	196	185	220	334	389	398	472	657	929	736	429							
292	213	193	200	178	178	185	226	200	224	200	185	185	193	185	138	224	292	426	362	371	453	546	587	262	224						
316	231	213	173	173	178	213	196	196	261	193	185	193	200	210	237	297	344	292	288	445	362	243	156	138							
200	200	255	196	243	193	206	274	278	255	185	178	173	196	243	311	251	210	255	196	196	192	158	142	130							
200	362	390	387	226	220	220	255	255	243	243	229	203	274	292	251	229	243	212	185	134	114	92	92	95							
274	334	435	476	417	325	316	329	297	251	220	233	233	224	255	292	229	206	200	138	117	117	121	105	92							
213	292	504	785	513	365	362	365	408	344	329	316	200	196	261	243	158	154	158	161	117	66	158	130	114							
220	365	700	939	639	453	417	464	472	426	482	325	292	243	200	169	128	92	101	117	88	92	125	130	83							
270	457	756	944	760	504	499	612	620	606	700	494	297	233	185	152	152	114	79	74	74	74	92	101	109							
325	498	799	1129	1038	929	793	799	850	948	770	472	255	243	158	138	128	105	95	46	42	117	130	88	66							
344	554	911	1714	1805	1553	1300	1324	1244	1008	718	426	224	226	158	128	142	128	101	74	92	95	130	74	101							
298	445	1370	3263	3377	2639	1805	1289	1084	939	715	251	220	173	117	121	125	109	114	128	125	74	114	101	92							
255	463	1844	4812	4919	2790	1691	1381	1267	1141	812	352	185	196	130	114	101	114	101	83	79	117	66	39	74							
316	546	2262	5096	4812	2799	1780	1416	1289	1162	817	224	185	142	114	117	121	138	83	83	138	83	83	74	74							
426	1004	2900	4374	4357	2950	2204	1726	1497	1232	612	445	237	145	138	95	83	145	83	74	130	142	114	74	74							
476	962	1910	3821	4390	3100	2002	2279	1959	1576	850	362	213	158	138	138	128	130	1.4	109	11.	120	109	66	74							
476	672	1451	3377	3780	2455	1994	1969	2037	1893	1106	463	200	178	138	95	114	114	114	92	101	83	83	74	101							
352	494	1221	2413	2328	1656	1646	1599	1726	1634	1261	449	251	178	130	130	138	169	1.8	117	130	114	95	114	117							
213	371	606	1192	146	1111	1117	1216	1324	1329	906	587	274	193	117	92	114	101	101	88	114	83	92	109	60							
213	352	362	513	569	597	785	751	826	816	731	447	224	165	117	152	130	79	92	79	66	66	51	79	60							
158	193	255	311	389	482	426	463	490	589	463	316	213	158	138	101	101	101	42	48	95	101	60	60								
142	161	200	237	224	233	255	261	316	352	329	206	125	130	114	105	125	125	120	109	66	79	92	83	57							
117	109	117	150	200	178	196	200	220	251	196	138	152	152	95	83	83	95	105	60	48	74	92	114	50							
145	138	154	158	161	161	206	185	158	165	145	149	142	114	92	79	121	101	117	74	60	92	95	74	51							
130	128	152	125	150	150	138	154	158	169	158	121	145	114	92	109	130	83	101	101	114	101	101	74	57							
79	83	101	114	130	138	152	158	142	109	121	114	101	101	79	92	142	109	66	92	125	128	92	79	74							
79	83	114	114	95	121	92	66	74	128	158	128	128	121	114	114	101	95	109	79	101	114	121	92								
130	117	114	114	138	138	138	92	83	92	161	121	114	117	114	101	74	42	79	101	92	109	128	117	101							
125	138	83	114	138	128	114	114	83	138	125	114	74	92	88	74	60	79	83	79	101	125	117	101	101							
101	101	95	79	79	101	109	154	101	74	66	74	79	109	101	117	130	83	42	51	154	158	92	92	74							
125	74	83	117	83	114	138	114	101	74	74	74	121	92	92	92	101	117	109	74	60	83	109	74	74							
74	57	83	109	109	74	101	121	185	74	74	83	66	101	101	92	114	105	83	95	92	101	83	51								
101	95	74	83	101	92	101	109	83	88	114	101	83	74	92	92	114	95	83	51	79	95	101	95	101							
79	83	83	125	101	117	95	74	79	66	83	101	95	121	95	60	79	66	114	79	51	74	83	101								
92	66	79	125	92	57	29	66	117	130	83	95	125	121	74	101	138	101	74	79	92	83	128	74								
101	60	117	125	114	101	138	138	121	101	83	88	66	83	117	101	74	74	101	101	114	121	79	66	74							
145	101	66	74	79	109	109	92	74	57	74	83	114	109	109	117	92	83	125	128	125	114	95	125	8.							
101	79	74	83	74	29	74	60	48	101	142	138	33	88	74	74	95	79	74	79	60	83	172	95	6.							
29	43	92	101	101	130	138	138	128	117	109	51	57	83	83	79	79	101	79	79	79	60	92	128	150							
92	117	109	101	57	117	117	117	101	39	79	95	66	95	79	79	88	109	74	74	88	8.	128	10.	130							
109	101	92	60	83	142	125	66	43	66	109	92	101	92	101	83	95	57	95	87	66	88	74	60	74							
74	95	128	83	114	74	57	66	114	138	95	57	66	101	74	74	92	48	60	74	9.	74	79	9.	74							
43	66	66	66	101	101	74	79	95	95	83	74	66	74	66	79	66	43	48	51	95	114	95	48	79							
66	92	74	60	74	109	101	79	83	95	48	43	33	83	101	74	74	92	114	101	74	101	8	74	57							

Abb.C3: Auf Untergrund, Lorentz- und Polarisationsfaktoren korrigierte Intensitätsdaten

Abb.C4: Gemessenes eindimensionale Linienprofil der Pigeonit/Augit-Reflexgruppe (004)

berechnet (Abb.C5). Der (004) - Pigeonitreflex wird, wie in Abb.C4 und C5 erkennbar ist, von einem Streuanteil der P2-A2-Phase überlagert. Diese störende Intensität läßt sich in diesem Fall am besten mit einer Gaußkurve anpassen und eliminieren, während in Abb.C5 die restlichen Reflexe durch Lorentzkurven besser angefittet werden.

Aus den Peakpositionen in C5 wird nun φ folgendermaßen ermittelt

$$2\varphi = \frac{a[(004)AUG] - a[(004)PIG]}{a[(104)PIG] - a[(004)PIG]} = \frac{89.33 - 125.12}{25.42 - 125.12} = 0.358 ,$$

wobei a[(004)PIG] die Position des (004)-Pigeonitreflexes ausgedrückt in Skalierungseinheiten ist.
Dem gemessenen Profil in Abb.C4 werden nun zwei Lorentz- und eine Gaußkurve angepaßt, wobei die Reflexpositionen von (004)AUG bei 37.87 SKE und von (004)PIG bei 73.13 SKE liegen. Daraus läßt sich der Skalierungsfaktor SKF für die Umrechnung in reziproken Einheiten ermitteln

$$SKF = \frac{2}{a[(004)PIG] - a[(004)AUG]} = 0.0102 .$$

Als letztes gilt es nun einen Startwert SW auf der reziproken Gittergeraden festzulegen. Dieser läßt sich über die Bestimmung der mittleren Lage der Pigeonit/Augit - Reflexe folgendermaßen berechnen

$$SW = \left[\frac{a[(004)PIG] - a[(004)AUG]}{2} - 1\right] * SKF .$$

Damit wären alle Startparameter für eine Anpassung der nach der Fehlordnungstheorie berechneten Kurve an die des gemessenen Profils ermittelt (Abb.C6).

Als Ergebnisse werden die Eigenwerte, Phasenverschiebungen und Konstanten, sowie die Koeffizienten für das Untergrundpolynom ausgegeben.

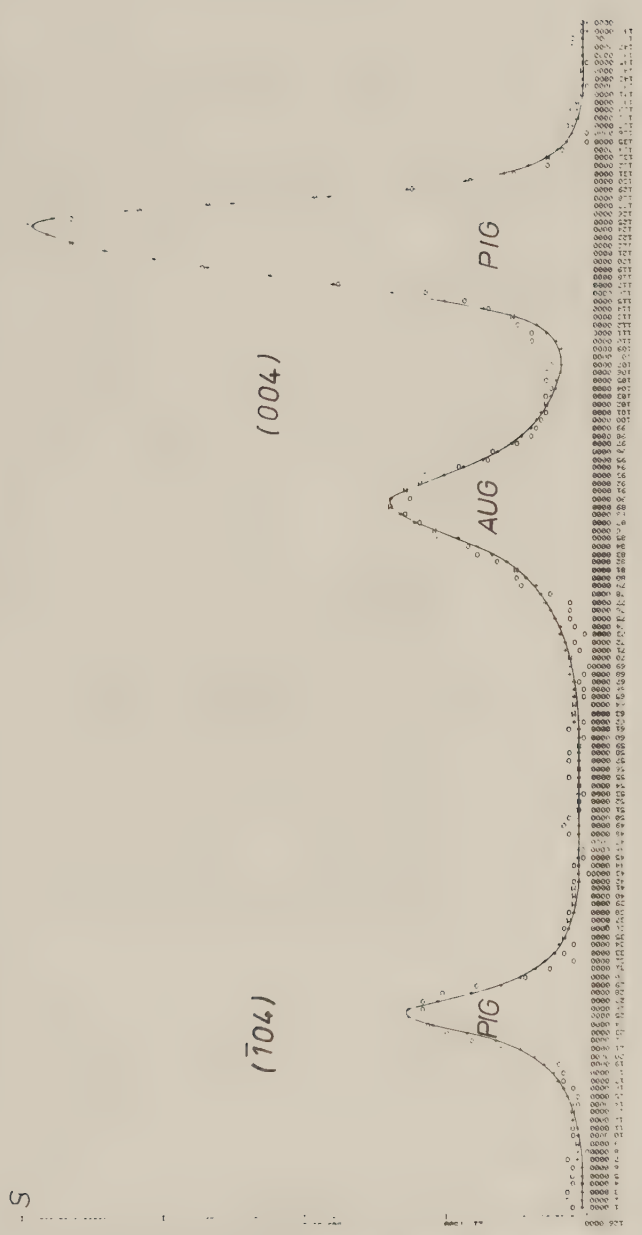


Abb.C5: Gemessenes und mit Lorentzkurven angepaßtes Linienprofil zweier benachbarter Pigeonitreflexe ($\bar{1}04$) - (004) zur Bestimmung des Phasenwinkels φ

OO gemessene Schwärzungsdaten, —✳— berechnete Schwärzungsdaten

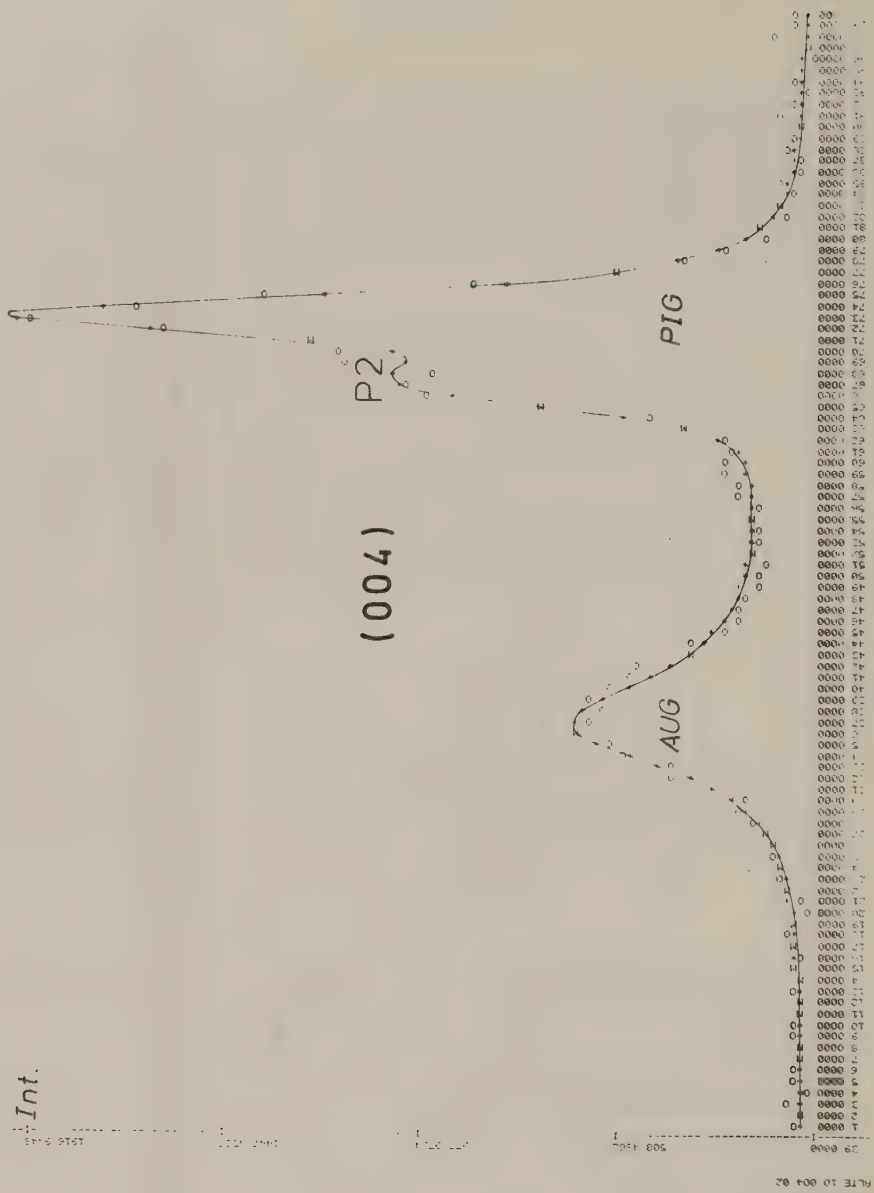


Abb.C6: Linienprofil der Reflexgruppe (004)

o gemessene Intensitätswerte

—*— nach der Fehlordnungstheorie berechnete Intensitätswerte aus der Summe der symmetrischen und asymmetrischen Anteile

Im Beispiel 2 werden die (402) - Reflexe der P2-A2 - Phase des Kristalls K1 untersucht. Abb.C7 zeigt wieder einen vergrößerten Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme mit dem (402) - Reflex, Abb.C8 die Schwärzungs-Rohdaten, die in dem eingerahmten Bereich von C7 gemessen wurden, Abb.C9 den gemessenen Intensitätsverlauf der Pigeonit/Augit-Peaks.

In Abb.C10 werden der beobachteten Intensitätskurve Gauß- (Abb.C10a), Lorentz- (Abb.C10b) und nach der Fehlordnungstheorie (Abb.C10c) berechnete Kurven angefittet.

Der Zwang Z verbessert sich für die Rechnungen folgendermaßen :

Gauß-Kurve	:	$Z_g = 3209$
Lorentz-Kurve	:	$Z_l = 1629$
Fehlordnungs-K.	:	$Z_f = 1004$.

Abb.C7: Vergrößerter Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme des Kristalls K1, (h0l), CuK_{α_1} , Reflex (402)

19	19	13	8	13	13	12	16	23	21	15	16	13	14	15	24	19	13	21	21	25	29	23	30	21
23	19	13	9	17	15	11	16	19	21	14	14	17	15	15	23	14	16	19	23	25	29	23	29	21
23	21	13	9	17	17	12	13	19	21	19	14	17	15	14	24	16	13	20	21	25	20	21	30	21
17	23	21	16	25	21	9	11	17	17	20	23	20	17	19	19	9	17	21	25	26	16	7	20	21
8	9	20	21	17	23	23	17	16	11	8	12	17	20	21	31	19	12	3	16	21	29	33	21	15
11	13	15	13	17	21	15	16	29	27	14	31	25	28	29	29	21	13	8	21	23	12	11	13	23
13	15	17	25	24	19	23	14	15	14	14	27	13	7	28	16	14	13	12	16	11	5	11	7	14
16	16	13	17	24	23	21	15	11	21	25	23	23	25	17	19	21	16	15	34	17	23	29	16	19
19	21	21	26	32	16	25	21	11	21	23	28	21	21	17	19	13	15	25	23	23	16	23	16	16
15	23	19	21	28	19	13	13	19	19	16	19	19	14	11	11	21	23	29	16	21	21	16	16	21
14	15	19	15	17	19	13	23	23	19	13	21	12	23	25	17	19	23	16	9	13	13	17	15	20
16	16	16	23	19	13	23	21	23	15	19	21	19	17	8	12	17	16	19	12	7	17	25	27	28
21	21	23	28	21	17	23	21	21	19	16	21	23	23	35	19	21	23	21	19	17	19	19	21	15
21	28	17	15	23	21	19	21	17	19	21	20	17	23	33	17	13	17	29	21	16	23	23	21	11
24	28	24	19	21	25	19	13	27	24	21	25	28	17	16	21	23	26	24	28	16	19	23	21	23
29	29	25	23	29	29	17	8	23	17	25	21	5	13	17	25	15	13	13	19	24	23	21	23	17
29	29	32	24	29	29	25	17	17	17	19	21	23	29	29	28	20	9	13	24	19	24	36	24	15
21	17	25	29	29	24	31	31	21	19	23	25	23	23	21	21	32	21	13	18	16	15	25	13	14
31	19	16	16	21	24	23	29	31	23	27	25	32	34	31	31	16	21	12	13	19	13	21	32	23
21	19	29	31	28	40	40	37	39	32	25	27	23	19	23	28	23	23	9	7	21	16	16	21	16
21	24	33	31	23	32	32	43	49	35	34	31	36	23	29	17	27	15	13	13	19	25	24	17	17
43	44	45	34	40	43	44	63	67	76	73	51	55	44	33	32	31	28	19	19	17	32	25	17	16
41	44	51	56	55	59	70	87	100	133	119	101	77	81	56	35	27	16	24	25	16	19	29	24	19
73	65	87	87	100	125	153	180	232	321	287	220	177	147	80	69	47	33	27	16	14	16	21	17	28
109	111	139	187	221	263	293	387	376	597	461	379	327	225	133	96	49	32	25	29	21	21	25	23	21
119	136	187	251	332	435	475	493	637	888	779	629	499	321	177	95	63	45	29	34	21	23	35	37	29
70	88	99	130	176	211	245	252	317	421	519	460	383	382	179	95	53	29	24	25	17	26	19	19	27
64	64	53	69	77	99	101	100	147	209	289	312	267	217	155	80	60	32	29	21	29	23	16	19	16
59	53	55	53	57	59	71	77	117	120	174	193	169	145	93	62	49	25	19	19	19	17	17	21	31
44	39	34	33	49	47	49	76	96	104	112	185	104	87	69	47	43	29	24	23	23	16	16	21	21
41	45	44	48	53	55	51	60	73	81	99	78	63	60	31	34	17	16	21	25	21	11	21	28	23
39	39	45	48	58	49	48	48	57	65	82	65	56	46	43	28	31	28	24	29	21	14	16	19	17
49	37	52	52	45	48	48	55	57	65	72	67	51	41	45	36	37	29	17	21	28	20	16	27	21
45	37	35	55	51	37	48	56	51	65	65	57	53	47	37	32	19	19	16	13	19	19	13	8	24
39	40	49	43	48	61	48	43	47	60	64	55	39	41	25	27	27	20	12	23	28	25	24	19	27
44	49	60	51	53	48	44	51	63	57	51	51	47	44	21	35	31	11	16	21	23	19	17	13	17
53	49	55	47	43	49	48	53	63	59	48	72	51	29	11	19	12	29	23	27	12	5	8	9	23
52	51	48	41	41	45	44	53	55	49	53	56	39	35	28	19	29	26	21	13	21	17	29	30	19
64	56	59	61	61	49	33	53	69	68	64	56	48	33	29	25	29	24	19	20	19	16	19	21	16
65	65	61	55	44	48	44	48	63	65	68	68	39	45	28	21	29	25	20	19	23	19	21	16	16
71	63	73	68	57	69	67	59	65	64	68	69	68	32	32	35	23	21	17	21	24	11	19	30	16
58	65	67	69	63	65	59	63	69	71	68	67	52	43	48	32	23	24	16	23	31	21	23	21	20
59	63	93	83	73	72	76	64	63	78	79	72	57	55	41	33	24	21	33	19	31	32	38	35	37
53	53	77	84	89	95	99	103	93	97	88	83	72	61	52	43	37	32	31	35	19	15	19	16	26
51	47	58	73	81	88	95	109	134	124	105	103	104	88	60	53	45	35	33	32	31	27	24	23	24
44	43	55	57	67	75	96	122	160	173	175	156	119	114	112	77	67	56	52	53	26	39	23	21	24
39	53	52	72	83	84	100	141	181	229	253	261	261	211	172	140	119	108	79	55	45	37	40	27	25
41	51	73	93	112	141	160	200	272	337	389	419	440	413	367	313	247	186	136	90	76	47	48	36	23
65	95	140	177	213	240	276	332	553	575	597	640	688	695	655	595	457	357	253	197	136	109	87	65	37
155	189	261	400	452	493	571	725	949	945	961	960	953	962	962	962	931	871	721	317	256	165	100	69	55
157	183	337	463	523	568	593	612	661	707	748	761	769	789	797	812	812	771	661	477	247	192	136	96	64
72	93	149	288	231	273	303	357	549	599	647	676	707	727	734	685	597	471	412	329	283	205	125	93	66
31	39	73	103	107	112	141	189	241	323	381	403	408	457	390	360	327	275	248	229	185	147	115	93	82
35	39	43	51	60	63	76	89	127	161	171	193	199	211	196	173	163	153	141	123	107	97	87	69	71
33	33	33	38	31	44	48	55	61	87	99	113	107	104	96	95	92	79	90	85	71	57	53	45	59
21	13	17	23	27	32	40	39	39	59	63	63	63	61	53	44	56	56	53	49	60	46	41	25	31
15	14	23	24	25	25	29	26	21	31	39	40	45	52	47	48	33	43	39	48	44	45	32	32	21
19	27	27	23	21	30	32	29	23	25	31	32	25	35	40	32	23	21	25	24	17	32	32	31	31
27	19	20	19	16	19	23	24	23	24	27	26	25	24	24	29	19	21	28	19	17	32	36	35	39
21	21	4	12	24	19	28	16	19	21	24	30	27	25	21	16	21	19	17	24	21	12	28	25	25
17	13	13	21	13	5	13	23	19	21	35	32	19	17	29	32	21	21	24	25	29	32	31	12	21
23	20	12	13	16	19	14	23	25	27	19	16	19	17	23	25	23	20	21	19	23	24	29	16	21
12	21	13	15	20	16	13	17	15	26	23	24	24	24	24	21	41	24	19	19	31	21	17	24	26
19	17	32	32	23	19	25	19	27	31	16	23	21	19	16	21	27	21	13	11	11	7	7	8	16
24	25	19	7	8	14	19	28	29	27	21	9	8	13	17	23	29	15	20	24	24	19	29	19	9
13	23	17	21	23	16	17	9	16	19	21	24	23	26	15	25	20	21	20	21	31	27	16	16	13
21	8	16	21	12	11	13	13	13	14	14	14	24	16	21	16	15	23	23	19	20	23	17	19	16
15	29	31	26	14	11	16	23	23	14	19	13	19	24	16	12	28	29	17	12	21	29	26	21	19
27	24	15	25	28	23	19	20	16	16	7	11	13	13	14	21	16	23	23	13	8	15	19	25	29
14	16	11	11	11	21	21	16	32	32	19	16	17	17	24	16	19	20	24	21	27	19	15	16	21

Abb.C8: Unkorrigierte Schwärzungs-Rohdaten

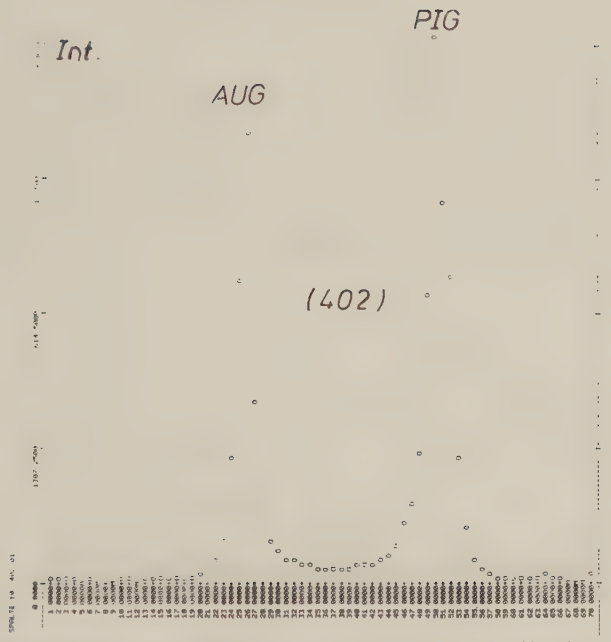
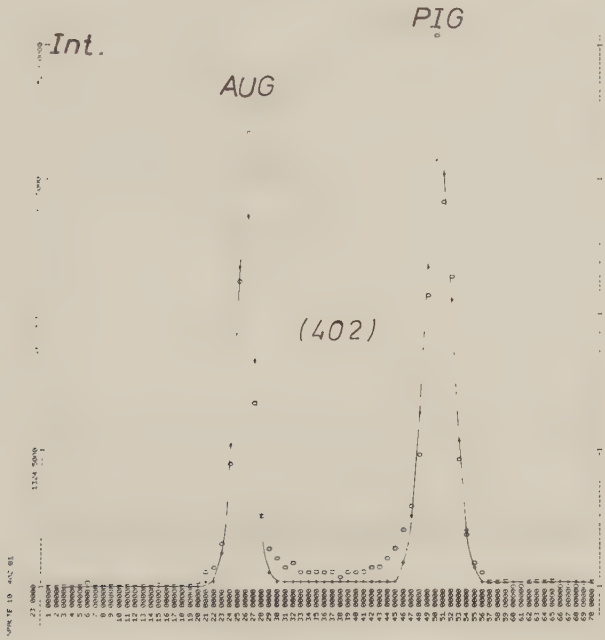
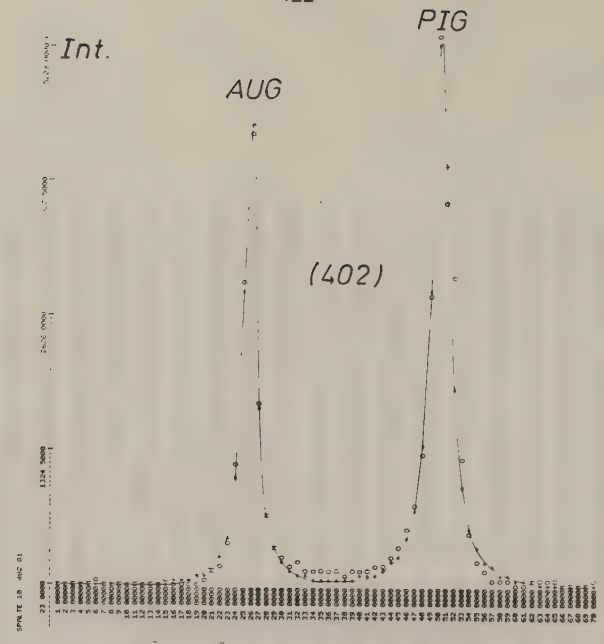


Abb.C9: Gemessenes Linienprofil der Reflexgruppe (402), P2-A2-Phase

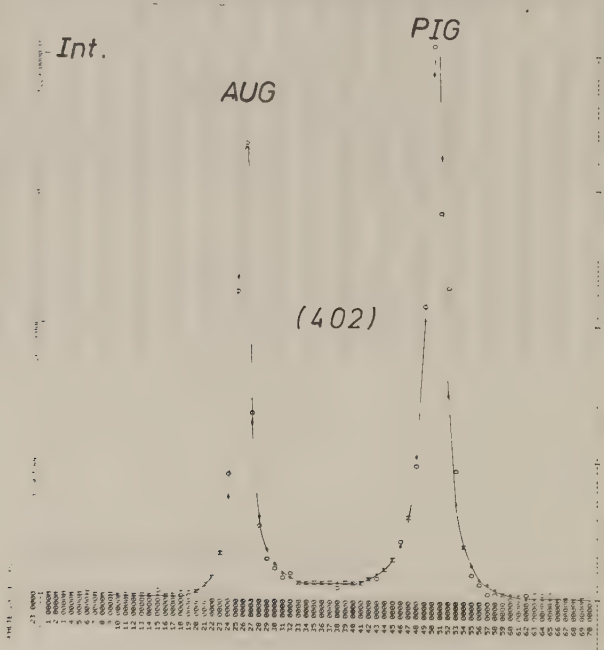


a)

Abb.C10: Fortsetzung nächste Seite



b)



c)

Abb.C10: Gemessenes Linienprofil der Reflexgruppe (402), P2-A2-Phase mit Fit von
a) Gaußkurven,
b) Lorentzkurven,
c) nach der Fehlordnungstheorie berechnete Kurven mit der Summe der symmetrischen und asymmetrischen Anteile

Das dritte Beispiel behandelt die Reflexgruppe (402) des Kristalls K2 im Hinblick auf die P1-A1-Phase (Abb.C11). Abb.C12 und Abb.C13 zeigen die Schwärzungs-Rohdaten und das Intensitätsprofil von (402). Abb.C14 die Anpassung mit Gaußkurven, Abb.C15 die nach der Fehlordnungstheorie berechnete Kurve mit der Summe aus den symmetrischen und asymmetrischen Anteilen.

Der Zwang Z beträgt bei Anwendung von

Gauß-Kurven	:	$Z_g = 1555$
Lorentz-Kurven	:	$Z_l = 849$
Fehlordnungskurven mit symmetrischen Anteil	:	$Z_{fs} = 855$
Fehlordnungskurven mit der Summe aus symm. und asymm. Anteil	:	$Z_{fa} = 515$

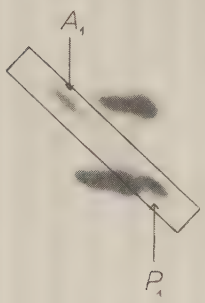


Abb.C11: Vergrößerter Ausschnitt einer Weißenbergaufnahme des Kristalls K2, (h01), CuK_α , Reflex (402)

59	61	5	54	47	54	54	61	51	57	55	47	51	54	53
9	47	57	55	51	51	54	53	49	46	45	46	42	39	43
61	59	52	54	41	46	49	43	43	50	38	33	45	61	51
49	43	46	55	43	51	51	49	54	57	54	39	47	54	53
50	50	49	55	50	56	51	38	35	59	58	49	51	49	61
54	51	61	63	45	55	58	47	51	59	54	45	37	46	61
46	40	50	61	53	46	50	61	62	66	62	59	50	62	57
59	57	57	55	61	47	45	50	47	50	53	61	62	56	50
43	39	51	57	51	45	51	59	50	43	54	57	57	52	57
61	54	62	47	47	57	51	53	46	49	53	61	61	52	51
46	52	57	45	52	50	49	66	57	45	59	56	70	61	51
73	72	77	72	63	50	61	57	59	56	47	54	67	58	69
55	55	45	61	49	51	59	67	69	67	54	43	45	49	57
67	51	51	50	49	49	59	65	71	62	63	61	49	53	49
55	47	59	53	62	49	53	65	77	61	61	65	51	45	50
45	47	51	51	66	69	70	64	59	62	61	50	45	47	54
71	46	46	50	49	65	73	70	73	70	65	53	59	54	49
63	51	43	38	55	63	62	59	67	59	65	66	43	56	49
57	59	61	50	53	55	75	65	67	73	67	61	54	66	66
51	50	59	67	57	70	75	91	64	75	72	61	57	46	57
50	45	45	62	59	67	94	110	103	75	73	62	52	47	43
47	62	73	53	62	85	98	118	115	78	62	62	61	56	51
39	50	61	57	57	85	117	130	115	94	69	49	52	53	49
57	61	57	53	59	94	149	162	120	109	88	63	54	54	50
59	49	52	61	62	107	171	171	139	103	75	65	65	59	52
57	51	61	70	85	134	169	174	169	120	73	67	71	66	62
67	64	69	75	83	139	207	211	187	138	91	84	77	67	61
66	61	55	74	93	143	211	227	185	138	95	68	59	51	51
45	56	57	74	114	177	253	283	254	128	91	66	58	51	43
65	65	74	83	119	182	245	283	245	190	123	78	51	51	59
49	58	70	71	110	187	282	302	267	207	89	85	71	61	61
74	74	65	84	101	162	253	295	262	142	110	85	71	62	57
74	67	74	73	113	149	239	297	259	198	89	69	59	59	56
54	51	70	86	115	165	270	282	242	177	94	75	61	63	57
73	63	55	82	105	166	253	283	241	123	99	75	72	77	55
71	59	57	74	101	157	238	265	235	179	99	71	59	49	52
85	90	72	85	107	170	214	234	207	163	97	73	71	67	53
83	88	92	102	101	126	185	205	179	130	92	77	58	58	58
105	106	81	83	103	134	163	181	159	125	95	73	73	69	55
99	94	93	93	94	116	138	147	142	111	81	71	67	72	71
103	91	75	85	93	110	140	138	120	105	86	84	70	61	56
105	97	91	91	107	111	118	128	107	91	75	84	77	79	67
102	81	97	102	98	99	113	99	93	89	89	65	53	65	62
101	84	83	86	97	101	107	103	94	83	73	71	61	51	67
93	89	74	87	83	99	107	99	107	85	70	71	71	61	67
91	85	76	99	94	94	99	102	101	95	71	61	73	67	63
115	89	93	97	109	113	119	99	89	87	83	76	73	75	68
105	93	85	93	98	99	118	105	85	70	69	81	78	66	75
89	81	82	83	87	99	110	112	111	105	73	78	78	67	81
99	101	83	62	76	89	100	101	109	97	80	79	83	77	71
83	91	85	86	100	103	123	119	105	89	83	78	67	65	65
83	75	74	81	91	102	109	114	109	102	92	70	75	78	75
102	101	84	75	83	99	116	107	97	102	99	85	75	71	90
87	83	75	72	89	110	121	123	115	106	109	96	81	101	106
86	102	98	87	83	114	110	105	103	123	125	113	105	107	113
102	103	95	91	83	87	112	115	107	107	105	119	120	129	145
103	91	94	111	97	106	126	129	120	122	123	135	143	150	190
82	77	94	102	105	110	119	121	109	118	119	139	181	219	281
78	78	91	92	91	114	132	142	141	129	137	169	225	281	354
57	63	71	84	93	112	119	135	129	136	162	211	269	392	822
56	65	69	78	85	110	117	129	127	131	173	238	333	793	968
65	77	85	82	84	99	122	142	139	136	179	273	635	949	968
56	65	71	69	67	78	117	129	142	154	194	253	755	910	907
61	61	61	61	74	81	118	155	157	181	227	292	654	697	729
58	66	73	65	67	102	127	146	153	179	238	310	643	689	715
55	49	51	65	70	115	160	184	201	206	251	325	649	683	715
49	59	61	71	82	118	175	233	271	291	341	416	627	674	706
70	66	61	88	97	122	198	340	339	320	245	446	503	592	597
62	67	71	74	105	177	328	430	442	342	357	381	433	438	295
58	57	66	86	111	173	501	537	527	386	341	291	281	267	209
51	56	66	91	128	195	562	597	574	503	253	221	197	155	126
57	61	67	73	118	210	575	605	585	279	241	177	124	110	95
67	67	67	87	139	219	582	579	407	371	137	117	99	93	80
54	59	80	78	133	353	384	438	311	273	99	89	70	63	63
66	65	73	96	142	221	387	375	269	155	118	82	70	74	71
69	67	67	77	113	162	288	270	234	109	88	79	67	61	61
61	56	65	78	110	155	198	187	175	129	77	64	66	62	59
61	65	67	74	78	97	136	123	109	91	82	59	51	67	59
55	54	69	71	81	87	102	113	107	73	66	63	70	66	45
54	57	69	79	71	82	91	91	91	71	65	65	73	58	51
49	49	61	57	51	75	89	82	73	67	62	47	55	54	53
58	69	61	54	66	63	75	71	51	69	79	75	54	46	55
69	66	67	75	59	61	61	67	61	62	59	59	62	49	42
69	61	57	54	52	75	73	63	65	62	48	43	67	51	53
59	55	54	63	73	71	65	58	51	49	54	51	63	70	65
46	51	52	62	61	53	61	67	66	57	42	47	59	73	62
45	54	57	50	61	61	75	72	65	62	46	50	45	57	62
49	45	57	55	57	58	54	63	67	59	59	61	51	52	63
59	59	51	49	50	51	51	55	61	61	59	50	39	56	62
51	42	38	50	49	45	55	55	54	57	54	67	66	55	58
50	53	50	53	54	59	69	65	53	59	53	51	52	58	59
53	41	45	54	57	62	53	57	61	47	50	58	58	65	50
50	45	51	51	55	59	59	59	59	75	70	69	54	49	54
59	45	54	55	47	62	54	47	61	59	51	51	55	42	61
61	61	51	46	25	54	54	38	45	49	55	59	53	51	59
51	55	56	45	54	59	51	61	53	53	62	59	47	46	55
40	59	49	54	49	43	54	65	58	59	59	51	53	57	55
65	61	52	53	50	47	43	47	46	53	50	49	59	59	59
61	53	49	50	54	71	45	54	54	55	54	62	61	55	51
40	49	51	53	65	41	42	49	45	47	45	42	51	59	45

Abb.C12: Unkorrigierte Schwärzungs-Rohdaten

Abb.C13: Gemessenes Linienprofil der Reflexgruppe (402), P1-A1-Phase

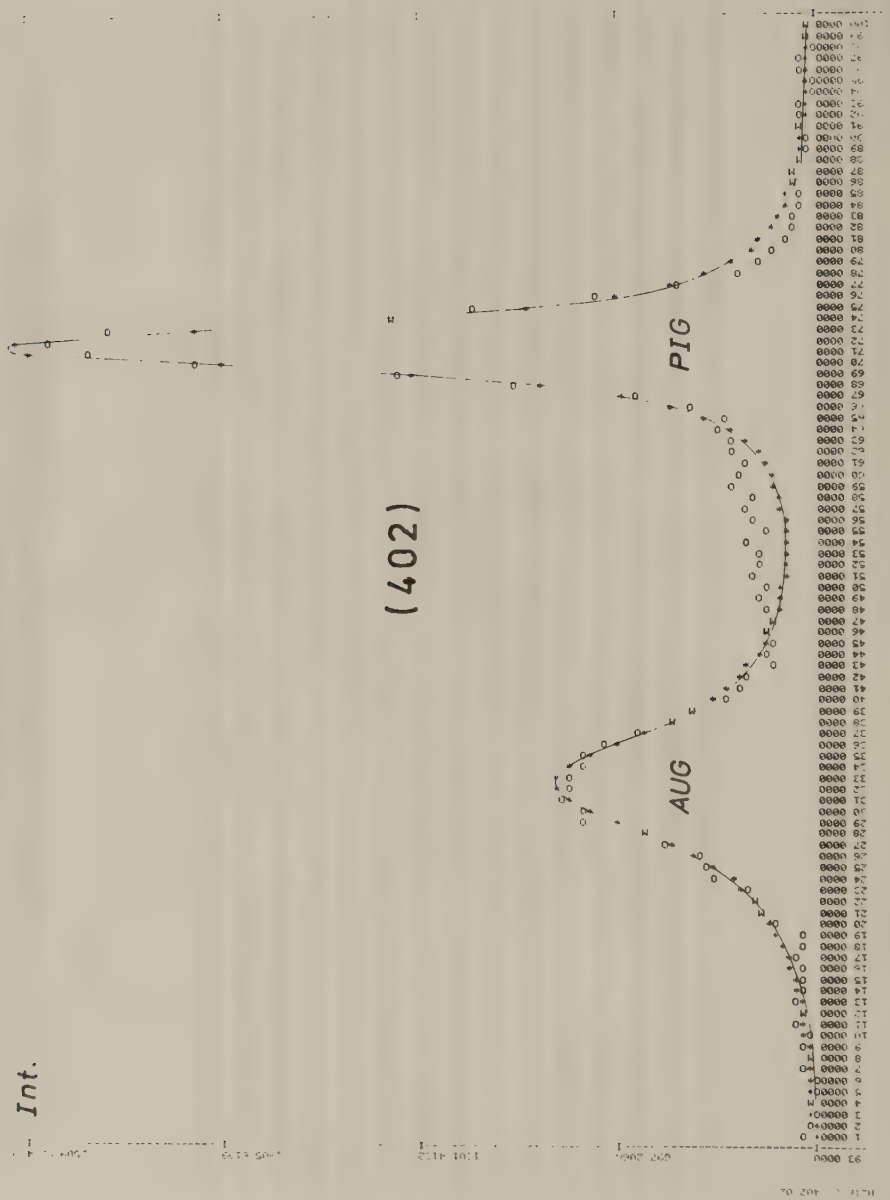


Abb.C14: Gemessenes und mit Gauß-Kurven angepaßtes Linienprofil der Reflexgruppe (402), P1-A1-Phase

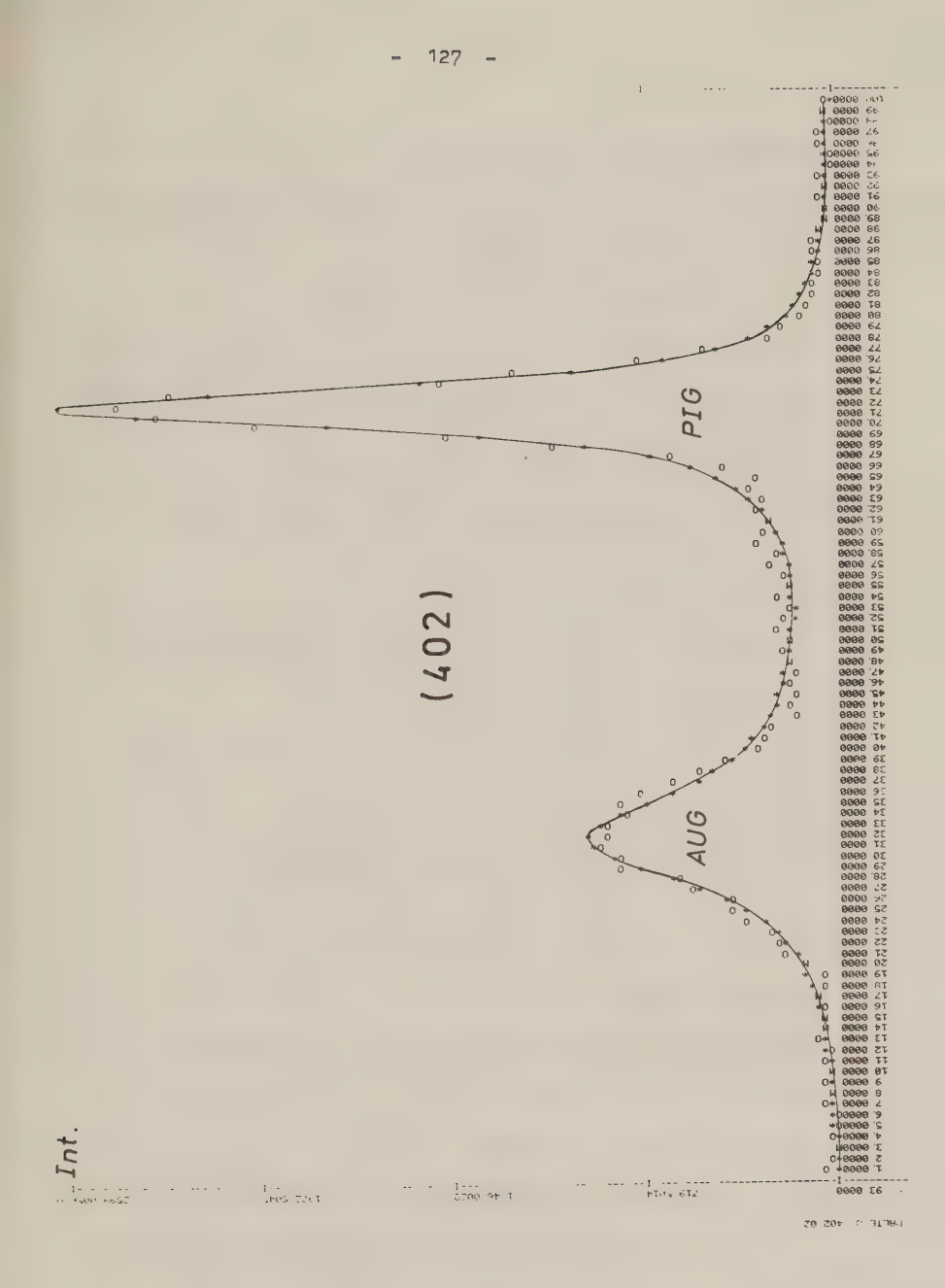


Abb.C15: Gemessenes und mit nach der Fehlordnungstheorie (symmetrischer und asymmetrischer Anteil) berechnetes angepaßtes Linienprofil der Reflexgruppe (402)

L I T E R A T U R V E R Z E I C H N I S

/1/ Laue, M.(1960), Röntgenstrahlinterferenzen, Frankfurt/Main

/2/ Ewald, P.P.(1917), Ann.Phys.54, 519

/3/ Darwin,G.G.(1914), Phil.Mag. 27, 315 und 675

/4/ Bragg,W.L.(1958), The Crystallin State I, General Theory, London

/5a/ Laue,M. von(1959), Röntgenwellenfelder in Kristallen, Sitz.Ber. Deutsch.Akad.Wiss. Berlin, Klasse f. Math.,Phys. u. Techn., Nr.1

/5b/ Borrmann,G.(1959), Röntgenwellenfelder, Aus:Beitr. aus Phys. und Chemie des 20. Jahrh., Braunschweig, 262

/6a/ Wagner,C., Schottky,W.(1931), Z. Phys. Chem. B11, 163

/6b/ Wagner,C.(1931), Z. Phys. Chem. B12, 177

/6c/ Wagner,C.(1933), Z. Phys. Chem. B22, 181

/7/ Zachariasen,W.H.(1945),Theory of X-Ray Diffraction in Crystals

/8/ Jagodzinski,H.(1949), Fortschr. Min. B28, 95

/9a/ Bragg,W.L., Williams,E.J.(1934), Proc. Roy. Soc. A145, 699

/9b/ Bragg,W.L.(1935), Proc. Roy. Soc. A151, 540

/9c/ Williams,E.J.(1935), Proc. Roy. Soc. A152, 231

/10a/ Guggenheim,E.A.(1935), Proc. Roy. Soc. A148, 304

/10b/ Rushbrooke,G.S.(1938), Proc. Roy. Soc. A166, 296

/10c/ Fowler,R.H., Guggenheim,E.A.(1938), Proc. Roy. Soc. A169, 134

/11/ Onsager,L.(1944), Phys. Rev. 65, 117

/12/ Jagodzinski,H.(1964), Advances in Structure Research by Diffraction Methods, 1, Vieweg, Braunschweig

/13/ Saalfeld,H., Jagodzinski,H.(1957), Z. Krist. 109, 87

/14/ Jagodzinski,H.(1965), Tschermaks mineral. u. petrogr. Mitt. 10, 1

/15/ Lenné,H.H.(1961), Z. Krist. 115, 297

/16/ Edwards,O.S., Lipson,H.(1942), Proc. Roy. Soc. A180, 277

/17/ Wilson,A.J.C.(1942), Proc. Roy. Soc. A180,

/18/ Hendricks,S.B., Jefferson,M.E.(1939),Am. Min. 24,729

/19/ Jagodzinski,H., Laves F.(1948), Schweiz. Min. Petrogr. Mitt.28,456

/20/ Hendricks,S.B., Teller,E.(1942), J. Chem. Phys. 10, 147

/21/ Jagodzinski,H.(1949), Acta Cryst. 2, 201

/22/ Jagodzinski,H.(1949), Acta Cryst. 2, 208

/23/ Jagodzinski,H.(1949), Acta Cryst. 2, 298

/24/ Jagodzinski,H.(1954), Acta Cryst. 7, 1954

/25/ Kakinoki,J., Komura,Y.(1952), J. Phys. Soc. Jap. 7,30

/26/ Korekawa,M.(1974), Feldspar Minerals, 1. Crystal Structure and Physical Propert es, Editor:Smith,J.V., Berlin

/27/ Korekawa,M.(1967), Habilitationsschrift

/28/ Iijima,S., Buseck,P.R.(1976), Electron Microscopy in Mineralogy, Editor:Wenk,H.R., Heidelberg, 319

/29a/ Cowley,J.M.(1976), Acta Cryst. A32, 83

/29b/ Cowley,J.M.(1976), Acta Cryst. A32, 88

/29c/ Cowley,J.M.(1978), Acta Cryst. A34, 738

/30/ Dorner,C., Jagodzinski,H.(1972), Kristall und Technik 7,4,427

/31/ Jagodzinski,H., Korekawa,M.(1972), Proc. 3rd Lunar Sci. Conf. (Geochim. Cosmochim. Acta Suppl.3), 1, 555

/32/ Zussmann,J.(1968), Earth Sci. Rev. 4, 39

/33/ Smith, J.V.(1969), Miner. Soc. Amer. Spec. Pap. 2, 3

/34/ Brown,W.L.(1972), Bul. Soc. fr. Miner. Cristallogr. 95,574

/35/ Morimoto,N.(1974), Fortschr. Miner. 52, 1

/36/ Hess,H.H.(1941),Amer. Mineral. 26, 513, 575

/37/ Zussmann,J. s. /32/

/38/ Morimoto,N., Güven,N.(1970), Amer. Min. 55, 1195

/39/ Papike,J.J., Prewitt,C.T., Sueno,S., Cameron,M.(1973), Z. Krist. 138, 254

/40/ Pannhorst ,W. (1979), Habilitationsschrift

/41/ Matsumoto,T., Banno,S.(1970), IMA-IAGOD Meet., Coll. Abstr., 171

/42/ Brown,G.E., Prewitt,C.T., Papike,J.J., Sueno,S.(1972), J. Geophys. Res. 77, 5778

/43/ Warren,B.E., Bragg, W.L.(1928), Z. Krist. 69, 168

/44a/ Ito,T.(1935), Z.Krist. 90, 151

/44b/ Ito,T.(1950), X-ray studies on polymorphism, Tokyo

/45/ Morimoto,N.(1956), Japan. Acad. 32, 750

/46/ Bown,M.G., Gay,P.(1957), Acta Cryst. 10, 440

/47/ Morimoto,N., Appleman,D.E., Evans,H.T.(1960), Z. Krist. 114, 120

/48/ Morimoto,N., Tokonami,M.(1969), Amer. Min. 54, 725

/49/ Wilson,A.J.C.(1949), X-ray optics, London, 45

/50/ Champness,P.E., Lorimer,G.W.(1972),Proc. 5th Int. Mat. Sympos., Berkeley, 1245

/51/ Bailey,J.C., Champness,P.E., Dunham,D.C., Esson,J., Fyfe,W.S., MacKenzie,W.S., Stumpfl,E.F., Zussman,J.(1970), Proc. Apollo 11 Lunar Sci. Conf.(Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 1),1, 169

/52/ Christie,J.M., Lally,J.S., Heuer,A.H., Fisher,R.M., Griggs,D.T., Kadcliff,S.V.(1971), Proc. 2nd Lunar Sci. Conf.(Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 3), 1, 69

/53/ Champness,P.E., Durham,A.C., Gibbs,F.G.F., Giles,H.N., MacKenzie, W.S., Stumpfl,E.F., Zussmann,J.(1971), Proc. 2nd Lunar Sci. Conf. (geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 2), 1, 359

/54/ Clark,J.R., Ross,M., Appleman,D.E.(1971), Amer. Min. 56, 888

/55/ Ghose,S., Ng,G., Walter,L.S.(1972), Proc. 3rd Lunar. Sci. Conf. (Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 3), 1, 507

/56/ Ghose,S., McCallum,I.S., Tidy,E.(1973), Geochim. Cosmochim. Acta 37, 831

/57/ Hamil ,M.M., Ghose,S., Sparks,R.A.(1975), Acta Cryst. A31, 126

/58/ Poldervaart,A., Hess,H.H.(1951), J. Geol. 59, 472

/59/ Morimoto,N.(1966), Abstr. of Int. Miner. Assoc. Meet. Cambridge,336

/60/ Morimoto,N., Tokonami,M.(1969), Amer. Min., 1101

/61/ Smith,J.V.(1969), Miner. Soc. Amer. Spec. Pap. 2,3

/62/ Nord,G.L.Jr., Lally,J.S., Heuer,A.H., Christie,J.M., Radcliffe,S.V., Griggs,D.T., Fisher,R.M.(1973), Proc. 4th Lunar Sci. Conf.(Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 4),1,953

/63/ Takeda,H., Ridley,W.I.(1972), Proc. 3rd Lunar Sci. Conf. (Geochim.Cosmochim. Acta Suppl. 3),1,423

/64/ Takeda,H., Miyamoto,M., Isnii,T., Lofgren,G.E.(1975), Proc. 6th Lunar Sci. Conf.(Geochim. Cosmochim. Acta Suppl.6),1,987

/65/ Adlhart,W.(1979), in Vorbereitung

/66/ LSPET(1971), in Apollo 14 Preliminary Science Report,NASA SP-272,Washington, D.C., 109

/67/ Gancarz,A.J., Abee,A.L., Chodos,A.A.(1971), Earth Planet. Sci. Lett. 12,1

/68/ Yajima,T., Hafner,S.S.(1974), Proc. 5th Lunar Sci. Conf. (Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 5),1,769

/69/ Schürmann,K., Hafner,S.S.(1972), Proc. 3rd Lunar Sci. Conf. (Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 3),1,493

/70/ Nakazawa,H., Hafner,S.S.(1977), Am. Miner., 62, 79

/71/ Nakazawa,H., Hafner,S.S.(1976), Proc. 7th Lunar Sci. Conf. (Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 7),1, 1865

/72/ Berking,B., Jagodzinski,H.(1973), Z. Krist. 137, 352

/73/ Ghose,S.(1965), Z. Krist. 122, 81

/74/ Burnham,C.(1967), Carnegie Inst. Wash. Year Book 65, 285

/75/ Morimoto,N. Koto,K.(1969), Z. Krist. 129, 65

/76/ Penzkofer,B.(1979), Dissertation Universität München

/77/ Clark,J.R., Appleman,D.E., Papike,J.J.(1969), Mineral. Soc. Amer. Spec. Paper 2, 31

/78/ Moritz,W.(1980), nicht veröffentlicht

/79/ Prewitt,C.T., Brown,G.E., Papike,J.J.(1971), Proc. 2nd Lunar Sci. Conf.(Geochim. Cosmochim. Acta Suppl. 2),1,59

/80/ Champness,P.E., Lorimer,G.W. in Applications of Electron Microscopy im Mineralogy, Editor:Wenk,H.R., Springer Verlag

/81/ Jaffe,H.W., Robinson,P., Tracy,R.J., Ross,M.(1975), Am. Miner., 60, 9

/82/ Pfeuty,P., Toulouse,G.(1977), Introduction to the Renormalization Group and to Critical Phenomena, John Wiley & Sons

/83/ Ruban,G.(1980), Z. Krist., Sonderheft, 20. Diskussionstagung der AgKr, Referate,88

/84/ Ruban,G.(1980), Darmstädter Symposium, Arbeitskreis KSAM der Fachgruppe Analytische Chemie der GDCh (Poster-Session)

/85/ Peisl,H.(1975), J. appl. Cryst.,8,143

/86/ Dornberger-Schiff,K., Grell-Niemann,H.(1961), Acta Cryst. 14,167

/87/ Korekawa,M., Nissen,H.-U., Philipp,D.(1970), Z. Krist. 131,418

/88/ Nakajima,Y., Hafner,S.S.(1980), Amer. Min. (eingereicht)

/89/ Champness,P.E., Lorimer,G.W.(1971), Contr. Mineral. and Petrol. 33, 171

Herrn Prof. Dr. Jagodzinski danke ich für die Anregung zu diesem Thema und für die zahlreichen Gespräche und klärenden Diskussionen, die diese Arbeit erst ermöglichten.

Herrn Prof. Dr. Hafner danke ich für die Überlassung von Kristallen des lunaren Gesteins 14053.

Meinen Kollegen Dr. W. Adlhart, Dr. C. Kalus, Dr. W. Moritz und Dr. B. Penzkofer danke ich für die vielen hilfreichen Hinweise und für die Überlassung von Rechenprogrammen.

Weiterhin bedanke ich mich bei Frl. Schmidt, die mir bei der Anfertigung von Röntgenaufnahmen und Zeichnungen half und bei Herrn Gappa, der die photographische Reproduktion der Bilder in dieser Arbeit übernahm.

Dieses Projekt wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (Ja 15/32) gefördert.

Lebenslauf

von	Michael Peterat, geboren am 12.06.1946 in Bad Wildungen/Hessen.
Eltern:	Erich Peterat und Elisabeth Peterat, geb. Wiesemann.
Schule:	
1952-1956	Volksschule in Bad Karlshafen.
1956-1962	Landgraf-Karl-Gymnasium in Bad Karlshafen.
1962-1966	Albert-Schweitzer-Gymnasium in Hofgeismar mit Abschluß Abitur auf dem naturwissen - schaftlichen Zweig.
Bundeswehr:	
1966-1968	Absolvierung der Dienstzeit in Fürstenfeldbruck und Landsberg/Lech.
Studium:	
1968-1970	Studium der Mathematik an der Universität München.
1970-1974	Studium der Mineralogie an der Technischen Universität München.
1974	Diplomprüfung und Abschluß der Diplomarbeit am Mineralogischen Institut mit dem Thema: "Nachweis von Bestrahlungseffekten im einkristallinem Bor an Hand von streng monochromatischen Röntgenaufnahmen".
Hochschultätigkeit:	
1972-1974	Wissenschaftliche Hilfskraft am Mineralogischen Institut der Technischen Universität.
1972-1975	Wissenschaftliche Hilfskraft am Institut für Kristallographie und Mineralogie der Universität.
1975-1979	Wissenschaftlicher Angestellter am Institut für Kristallographie und Mineralogie der Universität.
ab Juni 1975	Anfertigung der vorliegenden Dissertation unter Leitung von Prof. Dr. Jagodzinski.

Industrietätigkeit:

1977-1979	Angestellter an den Forschungslaboratorien der Siemens AG.
ab Feb. 1980	Angestellter der Wacker-Chemitronik GmbH.